

中华人民共和国国家标准

用气相色谱法测定丙烯腈-
丁二烯-苯乙烯 (ABS) 树脂中
残留丙烯腈单体含量

UDC 678.7
:543.432
.06
GB 8661-88

Determination of residual acrylonitrile
monomer content in acrylonitrile-butadiene-styrene resin by
gas chromatography

1 适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定丙烯腈-丁二烯-苯乙烯 (ABS) 树脂中残留丙烯腈单体含量的方法。

2 原理

将丙烯腈-丁二烯-苯乙烯 (ABS) 树脂样品溶于二甲基甲酰胺 (DMF) 中, 取适量体积的溶液注射到气相色谱仪中, 使丙烯腈和其他挥发性组分得到分离。该溶液中含有已知量的丙腈, 作为定量计算的内标物。本法检测极限为百万分之三 (3 ppm)。

3 试剂

用下列试剂时, 特别要注意安全, 尤其是丙烯腈。

- 3.1 二甲基甲酰胺: 其纯度应该是在被测定物的保留时间范围内无杂质峰出现。
- 3.2 丙腈: 化学纯。
- 3.3 丙烯腈: 其纯度足以作校准用。

4 仪器

4.1 气相色谱仪: 备有液体样品注射口、火焰离子化检测器、记录仪和色谱数据处理机。

气相色谱的操作条件:

柱: 推荐 1 ~ 2 m 长、3 ~ 4 mm 内径的不锈钢或玻璃管柱, 填充粒径为 177 ~ 297 μm (50 ~ 80 目) 的 Porapak Q 或能达到相同效果的高分子多孔微球固定相。填充方法不作规定, 但要有满意的柱效。此柱子应该在 230 $^{\circ}\text{C}$ 氮气流中老化 24 h。在证实能得到相同的结果时, 允许改变柱的尺寸;

柱温: 160 ~ 180 $^{\circ}\text{C}$, 恒温;

汽化温度: 200 ~ 230 $^{\circ}\text{C}$;

载气: 氮气 (或氦气);

载气流量: 调节流速, 使丙腈在 5 ~ 10 min 被洗脱出来。

调节火焰离子化检测器中氢气和空气的流量使能得到:

- a. 有高灵敏度的响应;
- b. 在被测范围中浓度和响应之间有线性关系;

c. 流量的小变化对灵敏度或响应只有微不足道的影响。

记录仪速度：推荐1.0 cm/min。

注：为了防止二甲基甲酰胺溶剂对进样口硅橡胶垫片的作用，可在其两侧涂聚四氟乙烯保护层。如果只有一侧涂有保护层，则需要用二个垫片。即使如此，仍需要经常更换新的垫片。

4.2 微量注射器：1~10 μ l。

4.3 分析天平：准确到0.5 mg。

5 试样的制备

样品为粉末、粒料或模塑件。为便于溶解并尽可能使称样量接近1.0 g，应将大块样品粉碎，但必须避免试样变热。

6 操作步骤

6.1 内标物溶液的制备

用移液管准确地转移1 ml丙腈(3.2)至100 ml容量瓶中，用二甲基甲酰胺(3.1)稀释至100 ml，用移液管准确地转移5 ml上述溶液到另一个100 ml容量瓶中，用二甲基甲酰胺稀释至刻度。如果聚合物样品中的丙烯腈浓度比较低，为了在检测器上得到相应的灵敏度，可用二甲基甲酰胺进一步稀释上述溶液。稀释过程中液体应保持在 20 ± 2 °C。

6.2 样品溶液的制备

在20 ml容量瓶中称取约1 g(准至1 mg)的聚合物样品，加入约15 ml二甲基甲酰胺(3.1)，盖上瓶塞后，振摇，使聚合物溶解。溶解完全后，再用移液管准确地加入1 ml按6.1制备并保持在 20 ± 2 °C的内标物溶液，用二甲基甲酰胺稀释到刻度，待用。

6.3 丙烯腈溶液的制备

6.3.1 储备标准溶液的制备

在已准确称量过的含有适量二甲基甲酰胺的100 ml容量瓶中，加入0.1 ml丙烯腈再行称量，得到丙烯腈的质量(准至1 mg)，用 20 ± 2 °C的二甲基甲酰胺稀释至刻度。用移液管准确地吸取10 ml上述溶液到另一个100 ml容量瓶中，用二甲基甲酰胺稀释到刻度。如有6.1中提到的同样原因，可用移液管准确地转移20 ml上述溶液到另一个100 ml容量瓶中，用二甲基甲酰胺稀释至刻度。稀释过程中，液体应保持在 20 ± 2 °C。丙烯腈很容易挥发，故丙烯腈称量时应放入早已称好重量的二甲基甲酰胺溶液中，以减少它的蒸气压。

6.3.2 校准溶液的制备

取适量的按6.3.1制备并保持在 20 ± 2 °C的丙烯腈溶液到20 ml容量瓶中，准确地加入1 ml内标溶液(6.1)，并用二甲基甲酰胺(3.1)稀释到刻度。

丙烯腈溶液(6.3.1)的适量体积推荐数值为0.5, 1.0, 1.5和2.0 ml。该溶液保持到进样。

6.4 样品和校准溶液的气相色谱记录

根据所用气相色谱仪的灵敏度，注射适量体积按6.2制备的样品溶液或按6.3制备的校准溶液。虽然溶液的进样量对结果计算影响不大，但相应的样品和校准溶液的进样体积应是相同的，记录校准溶液和样品溶液的气相色谱图，组分和内标物峰应具有相同的灵敏度。如有必要，丙烯腈和内标物完全洗脱出来后，反吹柱，直到恢复正常基线。

6.5 气相色谱峰值的估算

必须已知丙烯腈和丙腈的保留时间，至少应知道彼此相对值，此值取决于柱长、柱温和其他参数，并与柱充填的紧密程度和柱的寿命有关。

丙烯腈和丙腈的峰面积按下法测量：

a. 电子积分法；

b. 根据下式(1)估算面积；