



中华人民共和国国家标准

GB 12006.4—89

聚酰胺均聚物 沸腾甲醇 可提取物测定方法

Polyamide homopolymers—Determination
of matter extractable by boiling methanol

1989-12-25 发布

1990-11-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

聚酰胺均聚物 沸腾甲醇 可提取物测定方法

GB 12006.4—89

Polyamide homopolymers—Determination
of matter extractable by boiling methanol

本标准等效采用国际标准 ISO 599—1985《塑料——聚酰胺均聚物——沸腾甲醇可提取物的测定》。增加了一种沸腾甲醇可提取物的快速测定方法,载于附录 A。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了在一定条件下,用沸腾甲醇从聚酰胺均聚物试样中可提取物的测定方法。

本标准适用于无添加剂的聚酰胺均聚物。但对于含有能被甲醇提取出的添加剂的聚酰胺均聚物,如要求测定其中的单体和低聚物含量时,则要选用适当方法测定共同被提取出来的添加剂的量并进行修正。

本标准不适用于醇溶性的聚酰胺。

2 引用标准

GB 12006.1 聚酰胺粘数测定方法

3 方法提要

磨碎的聚酰胺均聚物用甲醇在其沸点的温度下提取,小心地蒸发甲醇溶剂,提取物在适中的温度下干燥并称量。

4 试剂

4.1 甲醇(GB 683):分析纯。

4.2 固体二氧化碳。

5 仪器

5.1 破碎机:用来把样品破碎到所要求的粒度。最好是样品在破碎机的转动和固定刀片中间切碎,样品破碎前,可用剪刀把大块剪碎。

5.2 筛子:筛孔为 710 μm 和 500 μm 二种。

5.3 分析天平:准确至 0.2 $\text{mg}^{1)}$ 。

5.4 提取器:可容纳装试样的提取坩埚或多孔陶瓷筒。

提取器的设计原理应使提取坩埚或多孔陶瓷筒被上升的甲醇蒸气加热。

采用说明:

1) 国际标准中是准确至 0.1 mg 。

5.4.1 第一种提取器：

- a. 提取烧瓶：容量 250 mL；
- b. 提取室：放有提取坩埚，该坩埚的各处被上升的甲醇蒸气包围，而且冷却的甲醇连续地滴落到坩埚中而流出；
- c. 支承坩埚的玻璃三角；
- d. 回流冷却器；
- e. 烧结玻璃过滤坩埚：孔径系数为 40~100 μm ，容量 30 mL；
- f. 瓷过滤板：直径比坩埚内径稍小，孔径为 0.4 mm。

5.4.2 第二种提取器：

- a. 提取烧瓶：容量 250 mL 或 150 mL；
- b. 索氏提取器；
- c. 回流冷却器；
- d. 烧结玻璃过滤坩埚：孔径系数为 40~100 μm ，容量 30 mL 或同样孔径和容量的多孔陶瓷筒，其外形尺寸以能正好装进索氏提取器为宜；
- e. 瓷过滤板：直径比坩埚或陶瓷筒的内径稍小，孔径为 0.4 mm。

5.4.3 提取器的加热装置。

5.5 蒸馏装置：装配至少 400 mm 长的刺型分馏柱或同等长度的蒸馏柱。

5.6 旋转蒸发器，接到吸气器上。

5.7 水浴。

5.8 真空干燥箱：装配一个吸气器或其他装置，使压力达到 1~2.5 kPa。

注：① 1 kPa = 7.5 mmHg = 1 kN/m²。

② 压力不能低于 1 kPa，避免从 PA6 中提取出的己内酰胺损失。

5.9 干燥器：装有氯化钙、五氧化二磷或硅胶等干燥剂。

6 试样的制备

取有代表性的聚酰胺样品放在破碎机里破碎，每次要少量，防止超过 40 °C 的过热现象，每次破碎间隔要使破碎机冷却，可用固体二氧化碳与聚合物一起研磨，防止产生热量。如果用一个大的破碎机（具有较大的热容），不必采用预防过热措施。用筛子筛选，收集 500~710 μm 间的部分为试样。

7 步骤

7.1 称取试样 5 ± 0.5 g（质量为 m_0 ），准确至 0.01 g，放入过滤坩埚或多孔陶瓷筒（5.4.1 中 e 或 5.4.2 中 d）中。

注：① 如果甲醇可提取物含量少于 0.5%（ m/m ），则称取试样（7.1）量应增加到能获得提取物至少为 0.025 g。

② 聚酰胺试样（ m_0 ）所含少量的水分，在计算甲醇可提取物的含量时不必扣除，因其影响与测定偏差相比是非常小的，可忽略不计。

7.2 清洗和干燥提取烧瓶（5.4.1 中 a 或 5.4.2 中 a），放在干燥器中冷却 30~40 min，称重（质量为 m_1 ），准确至 0.2 mg。

7.3 用滤板盖上试样（7.1）。取约 50 mL 甲醇倒入提取烧瓶中，将装有试样的提取坩埚或多孔陶瓷筒放进提取室内，安装冷却器，加热烧瓶中甲醇至沸腾。如使用 5.4.1 所描述的仪器，调节回流比为每秒钟 1~2 滴并保证滴落到提取坩埚中；如果用 5.4.2 所描述的索氏提取器，调节加热，使每小时虹吸 5~8 次。

7.4 提取 3 h \pm 5 min，提取器冷却至室温，必要时过夜。

7.5 拆下装有提取物的烧瓶并按下面两种步骤中任一种继续进行处理。