

## 前 言

本标准采用溶液注入气相色谱法(Solution Injection Gas Chromatography)和顶空气相色谱法(Headspace Gas Chromatography)测定聚苯乙烯(PS)和丙烯腈-丁二烯-苯乙烯树脂(ABS)中残留苯乙烯单体的含量。本标准在两种测定方法中,均规定了填充色谱柱和毛细管色谱柱,可根据条件进行选用。

我国曾经制定了 GB/T 4614—84《用气相色谱法测定聚苯乙烯中残留苯乙烯单体》和 GB/T 9353—88《气相色谱法测定丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)树脂中残留苯乙烯单体》两个标准,均采用预沉淀法,但两者采用的溶剂与沉淀剂不同,计算公式也有差异。

采用溶液注入法(A法)和顶空法(B法)测定 PS 和 ABS 中残留苯乙烯单体,避免了沉淀法中由于溶剂和沉淀剂的存在影响有关组分的准确测定。

本标准代替了 GB/T 4614—84 和 GB/T 9353—88。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准生效之日起,同时代替 GB/T 4614—84 和 GB/T 9353—88。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会归口。

本标准由上海高桥石化公司化工厂起草。

本标准主要起草人:王均甫、吴克勤、董建芳、陈建华、宋兰英。

# 中华人民共和国国家标准

## 聚苯乙烯和丙烯腈-丁二烯- 苯乙烯树脂中残留苯乙烯单体 的测定 气相色谱法

GB/T 16867—1997

代替 GB/T 4614—84  
GB/T 9353—88

Determination of residual styrene monomer in polystyrene  
and acrylonitrile-butadiene-styrene resins by gas chromatography

### 1 适用范围

本标准规定了用溶液注入气相色谱法(A法)和顶空气相色谱法(B法)测定聚合物中残留苯乙烯单体(St)的方法,两种方法具有同等效果。

本标准适用于聚苯乙烯(PS)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯树脂(ABS)中残留苯乙烯单体的测定。本标准也适用于苯乙烯-丙烯腈共聚物(SAN)和抗冲击聚苯乙烯(HIPS)中残留苯乙烯单体的测定。

本标准还适用于上述苯乙烯类树脂中其他挥发有机组分如乙苯(EB)、异丙苯(*i*-PB)、邻二甲苯(*o*-Xylene)、正丙苯(*n*-PB)、甲乙苯(MEB)、 $\alpha$ -甲基苯乙烯( $\alpha$ -MS)的测定。

### 2 试剂与材料

2.1 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)或 *N,N*-二甲基乙酰胺(DMAC);在色谱图中被测组分和内标物保留时间处,不应有溶剂杂质色谱峰出现。

2.2 正丁苯:纯度不低于99%。

2.3 苯乙烯、乙苯、异丙苯、邻二甲苯、正丙苯、甲乙苯、 $\alpha$ -甲基苯乙烯:纯度不小于99%。

2.4 氮气:纯度不低于99.95%。

2.5 氢气:纯度不低于99.8%。使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性碳等进行净化处理。

2.6 空气:应无腐蚀性杂质。使用前需进行脱水、脱油处理。

### 3 样品

取PS或ABS颗粒充分混和作为实验室样品,并密封备用。

### 4 A法:溶液注入法

#### 4.1 方法提要

在 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)或 *N,N*-二甲基乙酰胺(DMAC)溶剂中将聚合物样品溶解或溶胀,溶剂中含有已知量的正丁苯作为内标物。用微量注射器吸取适量溶液,直接注入色谱仪,使苯乙烯与其他如乙苯、正丙苯等被测组分及内标物得到分离并进行定量测定。

#### 4.2 仪器、设备

##### 4.2.1 气相色谱仪

气相色谱仪应配有火焰离子化检测器(FID),并能适应毛细管柱的分流进样和填充柱进样。进样部位应有可调换、清洗的插入管件,插入管件中应填入适量石英棉或不锈钢丝网,以阻止聚合物或固体颗粒

国家技术监督局 1997-06-16 批准

1997-12-01 实施

粒玷污系统。

#### 4.2.2 色谱柱

4.2.2.1 毛细管色谱柱:长 50 m,内径 0.32 mm,柱体为熔融弹性石英柱,固定液为聚乙二醇 20 M-2-硝基对苯二甲酸(FFAP),液膜厚 0.3  $\mu\text{m}$ 。

4.2.2.2 填充柱:长 3 m,内径 3 mm,柱体为不锈钢柱,载体为酸洗白色硅藻土(粒径 150  $\mu\text{m}$ ~180  $\mu\text{m}$ )。固定液为 FFAP 和磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ),固定液含量为 15%FFAP+1% $\text{H}_3\text{PO}_4$ 。

本方法建议使用毛细管色谱柱,但也允许使用填充色谱柱。也可使用具有等效或更佳性能的其他色谱柱。

4.2.3 色谱数据处理机或合适的记录仪。

4.2.4 微量注射器:10  $\mu\text{L}$ ,50  $\mu\text{L}$ 。

4.2.5 分析天平:感量 0.1 mg。

4.2.6 容量瓶:50 mL,250 mL。

4.2.7 具磨口塞的玻璃瓶:50 mL。

4.2.8 移液管:5 mL,20 mL。

#### 4.3 设备准备

4.3.1 色谱柱的调节——将色谱柱一端与进样器连接,另一端不接检测器,以免柱内流失物污染检测器。将载气(氮气)的流速调节至表 1 规定的操作条件值,在柱箱温度为 200 $^{\circ}\text{C}$ 下将毛细管色谱柱老化 1 h 以上,填充柱老化 24 h 以上。

表 1 操作条件

	毛细管色谱柱	填充色谱柱
温度控制:		
进样器, $^{\circ}\text{C}$	200	200
检测器, $^{\circ}\text{C}$	200	200
色谱柱, $^{\circ}\text{C}$	110	120
载气流速(氮气),mL/min	2~4	25~30
分流比	50:1~100:1	—
进样体积, $\mu\text{L}$	1	1~5

4.3.2 将色谱柱的出口与检测器连接。并按表 1 的操作条件,使仪器达到充分平衡,并在色谱图上呈现稳定的基线。

#### 4.4 内标法校准

##### 4.4.1 校准溶液的配制

4.4.1.1 在 50 mL 容量瓶(4.2.6)中加入适量的 DMF 或 DMAC 溶剂(2.1),并称入 0.25 g 正丁苯,精确至 0.000 1 g,再用该溶剂稀释至体积刻度,摇匀。

用 5 mL 移液管(4.2.8)准确移取 5.0 mL 上述溶液于 250 mL 容量瓶中,用相同溶剂稀释到体积刻度,摇匀,记为溶液 A。计算溶液 A 中正丁苯的浓度(mg/mL)。

4.4.1.2 在另一个 50 mL 容量瓶中加入适量的上述溶剂,并称入 1.0 g 苯乙烯,精确至 0.000 1 g,再用该溶剂稀释至体积刻度,摇匀,记为溶液 B。计算溶液 B 中苯乙烯的浓度(mg/mL)。

4.4.1.3 用 20 mL 移液管(4.2.8)准确移取 20.0 mL 含有内标物的溶液 A,置于 50 mL 具塞玻璃瓶(4.2.7)中,接着用 50  $\mu\text{L}$  微量注射器(4.2.4)准确注入 20.0  $\mu\text{L}$  溶液 B,摇匀,作为校准溶液。计算该校准溶液中苯乙烯的含量  $M_i$ (mg)及正丁苯的含量  $M_s$ (mg)。

##### 4.4.2 校准溶液的气相色谱测定

按 4.3.1 中表 1 推荐的操作条件,用 10  $\mu\text{L}$  微量注射器(4.2.4)向气相色谱仪注入 1  $\mu\text{L}$ ~5  $\mu\text{L}$  校准溶液(4.4.1.3)进行测定。