

ICS 83.080  
G 31



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8661—2008  
代替 GB/T 8661—1988

GB/T 8661—2008

## 塑料 苯乙烯-丙烯腈共聚物 残留丙烯腈单体含量的测定 气相色谱法

Plastics—Styrene/acrylonitrile copolymers—  
Determination of residual acrylonitrile monomer content—  
Gas chromatography method

(ISO 4581:1994, MOD)

中华人民共和国  
国家标准  
塑料 苯乙烯-丙烯腈共聚物  
残留丙烯腈单体含量的测定  
气相色谱法

GB/T 8661—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

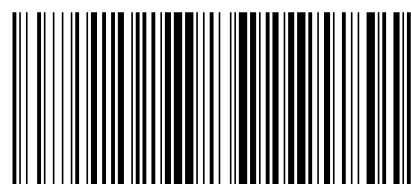
\*

书号:155066·1-33457 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 8661—2008

2008-06-19 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

A.3.2 样品瓶:带丁基胶垫和铝制盖子,自动进样 25 mL,手动进样 50 mL。

A.3.3 瓶盖密封器

A.3.4 微量注射器:0.1  $\mu$ L 分度,10  $\mu$ L。

A.3.5 气体注射器:1 mL(用于手动进样)。

A.3.6 半微量天平:精度 0.01 mg。

#### A.4 试样制备

本章与标准第 5 章对应,既适用于样品,也适用于参比样(A.2.4),样品量约为 0.5 g。

#### A.5 操作步骤

##### A.5.1 内标溶液的制备

在半微量天平上称取约 50 mg 丙腈(A.2.2),移入 50 mL 容量瓶,用 PC(A.2.1)稀释至刻度,用移液管精确移取该溶液 10 mL,移入 1 000 mL 容量瓶,用 PC(A.2.1)稀释至刻度。

##### A.5.2 丙烯腈母液和校正液的制备

称取 1.5 mg 丙烯腈(A.2.3),移入已装有部分 PC(A.2.1)的 50 mL 容量瓶,用 PC 稀释至刻度备用。

制备校正液时,将以上母液移取一定体积,再用 PC 进行稀释,最终所得校正液 5  $\mu$ L 中所含丙烯腈量与聚合物样品中所含丙烯腈量接近。

##### A.5.3 用于校正的参比样品溶液的制备

称取 0.5 g 参比样(A.2.4)(精确至 0.2 mg),放入 25 mL 或 50 mL 样品瓶中,用移液管取 5 mL PC(A.2.1)或 5 mL 按 A.5.1 制备的内标物溶液加入样品瓶中,上好瓶盖,然后用 10  $\mu$ L 微量注射器(A.3.4)加入 5  $\mu$ L 按 A.5.2 制备的校正溶液。

在将丙烯腈校准溶液注入样品瓶的过程中,注射器针头应浸没在 PC 或内标物溶液中,以免从胶垫中将针头拔出时带出丙烯腈校准溶液。

##### A.5.4 零含量样品溶液的制备

按 A.5.3 过程,用 PC(A.2.1)或内标物溶液(A.5.1)溶解参比样(A.2.4)于 25 mL 或 50 mL 样品瓶中,但不加丙烯腈校准溶液。

##### A.5.5 样品溶液的制备和丙烯腈含量的测定

称取 0.5 g 聚合物样品(精确至 0.2 mg),放入 25 mL 或 50 mL 样品瓶中,用移液管加入按 A.5.1 制备的内标物溶液 5 mL 或 PC(A.2.1)5 mL,上好瓶盖。

##### A.5.6 空白样品溶液的制备

用移液管移取 5mL PC(A.2.1)或按 A.5.1 制备的内标物溶液,放入 25 mL 或 50 mL 样品瓶(A.3.2),上好瓶盖。

##### A.5.7 测定

将样品溶液(见 A.5.5)、校准用参比样品溶液(见 A.5.3)、零含量样品溶液(见 A.5.4)和空白溶液(A.5.6)在 70  $^{\circ}$ C 放置 16 h(自动进样时放在恒温浴,手动进样放在恒温烘箱中),A.3.1 中给出了自动进样推荐条件。状态调节之后,穿过胶垫从试样瓶中准确抽取 1 mL 气相部分样品,进样到气相色谱仪中。手动进样中,用气体注射器(A.3.5)抽取气相样品,然后进样到气相色谱中。由于热离子检测器的灵敏度随着时间推移而降低,在制定校准曲线或校正正值时,每 5~10 个参比样(见 A.5.3)之前和之后记录零含量样品溶液(见 A.5.4)和空白溶液(A.5.6)测定结果。

##### A.5.8 气相色谱峰的评价

在该方法中,用峰高(以 mm 为单位)代替峰面积。

## 前 言

本标准修改采用 ISO 4581:1994《塑料——苯乙烯/丙烯腈共聚物——残留丙烯腈单体含量的测定——气相色谱法》(英文版)。

本标准与 ISO 4581:1994 相比,主要差异如下:

——对仪器“气相色谱仪”,增加条注,说明可使用能够达到同样分离效果的毛细管柱(5.1);

——按照国内容量瓶规格,将 20 mL 容量瓶改为 25 mL 容量瓶,并对相应计算公式作了修改(8.1)。

本标准代替 GB/T 8661—1988《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》,与 GB/T 8661—1988 的主要差异如下:

——适用范围扩大,本标准不仅适用于测定丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)树脂中残留丙烯腈单体含量,还适用于测定苯乙烯-丙烯腈共聚物(SAN)树脂中残留丙烯腈单体含量;

——对仪器“气相色谱仪”,增加条注,说明可使用能够达到同样分离效果的毛细管柱;

——按照国内容量瓶规格,将 20 mL 容量瓶改为 25 mL 容量瓶,并对相应计算公式作了修改;

——增加了附录 A“丙烯腈含量低于 3 mg/kg 的测定——顶空气相色谱法(氮磷检测器)”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

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(SAC/TC 15/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石油天然气股份公司兰州石化公司。

本标准主要起草人:杨伟燕、邹丽琼、欧俊军、赵军霞、王小为。

本标准于 1988 年 1 月首次发布,本次为第 1 次修订。

- a) 注明采用本国家标准；
- b) 试验聚合物的完整标识；
- c) 注明与本标准所用气相色谱装置及操作方法不同的任何差异；
- d) 测试和计算的方法；
- e) 丙烯腈单体的含量,单位为 mg/kg,并取舍到整数；
- f) 分散性或误差范围不超过 8.3 的要求。

## 塑料 苯乙烯-丙烯腈共聚物 残留丙烯腈单体含量的测定 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定苯乙烯-丙烯腈共聚物和共混物中残留丙烯腈单体含量的方法。  
本标准适用于苯乙烯/丙烯腈共聚物和共混物中残留丙烯腈单体含量的测定。

### 2 规范性应用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 2561 塑料——聚苯乙烯和抗冲聚苯乙烯中残留苯乙烯单体的测定——气相色谱法

### 3 原理

用二甲基甲酰胺将试样溶解,将少量体积的溶液注入装有火焰离子化检测器的气相色谱仪中以分离和检测挥发成分。溶剂中含有已知量的丙腈或乙腈做为内标物。此方法适用于共聚物中丙烯腈含量不低于 3 mg/kg 的情况,要使测定下限达到 0.3 mg/kg~0.4 mg/kg,可选取附录 A 中的方法。在附录 A 中,将试样溶于 1,2-丙二醇碳酸酯(PC),将溶液注入装有氮磷检测器的气相色谱仪中,以丙腈作为内标物。

### 4 试剂

在试验过程中,仅使用认可的分析级试剂。当使用下面的试剂时要十分谨慎,特别是丙烯腈。

- 4.1 二甲基甲酰胺:纯度为在待测物质的保留时间内不能有杂质峰。
- 4.2 丙腈:只要能证明所得结果相同,可用乙腈代替丙腈作为内标物。
- 4.3 丙烯腈:色谱纯。

### 5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:装有火焰离子化检测器的气相色谱仪。

气相色谱仪的试验条件:

色谱柱:推荐使用长 1 m~2 m,内径为 3 mm~4 mm 的不锈钢或玻璃管,用粒径为 150 μm~270 μm (即 50 目~100 目)的 Porapak Q<sup>1)</sup> 填充。为了防止溶液里不挥发物进入色谱柱,可采取适当的方法,例如:在进样口加一个玻璃衬管或安装一个更换方便的 5 cm 长的预备柱(与色谱柱填充材料相同)。

色谱柱的填充方法没有规定,但要求得到满意的分离效果,色谱柱要在 230 °C 的气流中老化 24 h。只要能证明所得结果相同,色谱柱的尺寸可以不同。

色谱柱(如果用了预备柱,包括预备柱)温度:160 °C~180 °C。

1) Porapak Q 是 Millipore 公司的商品名。提供本资料是为本标准的用户提供方便,按照有关方面协定,可以使用相同性能的替代产品。