

中华人民共和国国家标准

不饱和聚酯树脂增强塑料中 残留苯乙烯单体含量测定方法

GB/T 15928—1995

Determination method of residual styrene monomer
contents in reinforced plastics
based on unsaturated polyester

本标准等效采用 ISO 4901—1985《不饱和聚酯树脂增强塑料中残留苯乙烯单体含量测定方法》中气相色谱法部分。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱测定已固化不饱和聚酯树脂及其增强塑料中残留苯乙烯单体含量方法。本标准适用于不饱和聚酯树脂浇铸体、不饱和聚酯树脂增强塑料中残留苯乙烯单体含量的测定。

2 引用标准

GB 1446 纤维增强塑料性能试验方法总则

GB 2577 玻璃纤维增强塑料树脂含量试验方法

3 原理

用二氯甲烷从已固化不饱和聚酯树脂中萃取苯乙烯,然后用气相色谱法测定苯乙烯含量。

4 试剂

在分析时,仅用公认为分析级的试剂。

4.1 二氯甲烷

4.2 甲醇

4.3 正丁基苯

4.4 苯乙烯 新蒸馏的,在 0℃下保存,待用。

苯乙烯和等体积甲醇混合时应产生透明的溶液。

4.5 氮气、氢气和空气 用作气相色谱的载气和燃料气。

4.6 担体,采用 300~200 μm (60~80 目)釉化 6201 红色担体,10%、20000 分子量聚乙二醇为固定液或者采用 300~200 μm (60~80 目)401 有机担体¹⁾。

采用说明:

1) ISO 4901 中,没采用 401 有机担体。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪 附有对苯的灵敏度高于 1×10^{-10} gFID 的检定器。
- 5.2 微量注射器 容量 1~50 μ L。
- 5.3 分析天平 感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样制备和外观检查按 GB 1446 第 1、2 章规定,可从产品和随炉样板上取样,每组至少 2 个。
- 6.2 试样形状一般为长 10 mm,宽 1~2 mm,厚 0.5~1 mm 的长条。
- 6.3 试样切割和干燥时,要避免能改变苯乙烯单体含量的过热现象。

7 试验步骤

7.1 色谱操作条件

7.1.1 可适用的色谱柱见表 1。

表 1

编号	柱长 m	直径 mm	担体	固定液	固定液/担体 (质量比)
I	3~4.5	3~4	6201 釉化担体 300~200 μ m (60~80 目)	聚乙二醇 分子量 20000	1 : 10
II	1.5~2	3~4	401 有机担体 300~200 μ m (60~80 目)	—	—

7.1.2 色谱仪各部温度

应选最佳温度,可采用表 2 中所列温度。

表 2

色谱柱类型	色谱柱温度,℃	气化室温度,℃	检测室温度,℃
I	80	150	150
II	200	220	250

7.1.3 气体流量

通过气体流量调节,使色谱仪达到较高的响应灵敏度,在所测量的范围内有线性响应,在流量微小改变时,响应灵敏度应无明显影响。

可采用如下气体流量:

- 氮气 50~100 mL/min
- 氢气 50 mL/min
- 空气 300~400 mL/min

7.1.4 记录纸速度

记录纸速度可采用 0.5 cm/min。

7.1.5 进样量

根据所用气相色谱仪的灵敏度确定适当体积的进样量,可采用 5 μ L 左右。

7.2 标准曲线绘制

7.2.1 标定用混合液的制备

称取 600 mg 的正丁基苯,准确到 1 mg,定量地移入 1 000 ml 容量瓶中,用 2 体积二氯甲烷和 1 体积的甲醇配成的混合液稀释至刻度。稀释时保持液体温度在 20±0.5℃。

7.2.2 标准曲线绘制

取相同容积容量瓶(50 ml 或 100 ml)5 只,每一容量瓶中准确加入不同质量苯乙烯,用 7.2.1 条配制的溶液稀释至刻度,混合均匀。稀释时保持液体温度在 20±0.5℃。在上述色谱条件下,分别多次进样。测量苯乙烯峰面积 A'_a 和正丁基苯峰面积 A'_b ,并分别计算其比值。以苯乙烯浓度 c' 为横坐标,以苯乙烯峰面积与正丁基苯峰面积的比值 A'_a/A'_b 为纵坐标绘制标准曲线。加入的苯乙烯浓度为 0.05 mg/ml、0.1 mg/ml、0.2 mg/ml、0.5 mg/ml 和 1.0 mg/ml。

7.3 样品测定

7.3.1 萃取溶剂的制备

称取 600 mg 的正丁基苯,准确到 1 mg,定量地移入 1 000 ml 容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度。在稀释时保持液体温度在 20±0.5℃。

7.3.2 样品中苯乙烯的萃取

称取 1~2 g 试样,准确到 1 mg,移入容积为 50 ml 的磨口锥形瓶中。用移液管吸取 15 ml 的萃取液(7.3.1),浸没试样,浸泡 24 h,不时加以摇动,并保持瓶口紧闭。然后用水抽提泵快速过滤,收集滤液。

7.3.3 样品测定

在上述色谱条件下,取 5 μ l 左右滤液注入色谱仪,待正丁基苯色谱峰流出后,精确测量苯乙烯峰面积 A_a 和正丁基苯峰面积 A_b ,并计算其比值 A_a/A_b ,由标准曲线可查得苯乙烯的浓度 c 。

7.3.4 树脂含量测定

含有玻璃纤维和填料的不饱和聚酯增强塑料,其树脂含量按 GB 2577 测定。

8 计算

8.1 色谱峰面积

8.1.1 由积分仪直接计算。

8.1.2 用式(1)估算面积 A

$$A = h \cdot W_{1/2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A ——面积;

h ——峰高;

$W_{1/2}$ ——半峰宽。

8.2 绘制标准曲线计算

在绘制标准曲线时,可用直线回归方程式计算。用最小二乘法计算直线回归方程式的公式如下:

$$y = kx + b \dots\dots\dots (2)$$

$$k = \frac{n\sum x \cdot y - \sum x \cdot \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$b = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum x \sum x \cdot y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

式中: x ——自变量(苯乙烯浓度);

y ——应变量(苯乙烯与正丁基苯峰面积比 A'_a/A'_b);

k ——直线斜率;

b ——直线在纵坐标轴上的截距;

n ——测定次数。

8.3 样品中残留苯乙烯单体含量

$$S = \frac{c \cdot V}{m}$$

.....(3)

式中： S ——样品中残留苯乙烯单体含量,mg/g;
 c ——实验测得苯乙烯浓度,mg/mL;
 V ——萃取溶剂体积,mL;
 m ——样品的质量,g。

8.4 不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量

$$S_R = \frac{S}{P} \times 100$$

.....(4)

式中： S_R ——样品的不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量,mg/g;
 S ——同式(3);
 P ——样品中不饱和聚酯树脂的含量,%。

9 试验结果

$$\overline{S_R} = \frac{\sum S_{Ri}}{n}$$

.....(5)

式中： $\overline{S_R}$ ——不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量的平均值,mg/g;
 S_R ——同式(4);
 n ——样品数量。

10 试验报告

按 GB 1446 第 7 章规定。

附加说明:
本标准由国家建筑材料工业局提出。由全国纤维增强塑料标准化技术委员会归口。
本标准由国家建材局上海玻璃钢研究所、上海市卫生防疫站共同起草。
本标准主要起草人胡振哲、潘希和、张秋根。