

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG / T 2621 — 94
ISO 8974—1988

气 相 色 谱 法 测 定 酚醛树脂中残留苯酚含量

1994-04-13 发布

1995-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

中华人民共和国化工行业标准

气相色谱法测定

HG/T 2621—94

ISO 8974—1988

酚醛树脂中残留苯酚含量

本标准等同采用国际标准 ISO 8974—1988《塑料 酚醛树脂 气相色谱法测定残留苯酚含量》

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定酚醛树脂中残留苯酚含量的方法。测定微量酚〔 $<0.5\%$ (m/m)〕时,须改进本标准。

本标准不适用于碱性树脂,因苯酚呈酚盐形式存在,不能全部出峰。

重要注: 推荐使用下列仪器和条件。但如果其它仪器和条件(例如其它检测器和毛细管柱)能获得同等精度的相同结果,也可使用。

2 原理

试样溶解于适当溶剂中,用气相色谱法测定苯酚含量。

3 材料

3.1 载气: 氮气。

3.2 检测器气体,氢气和空气。

3.3 内标物: 不含苯酚的间甲酚或不含苯酚的苯甲醚。

注: 在可能出现干扰的情况下,例如树脂中存在甲酚,应使用苯甲醚作内标物。

4 仪器

4.1 色谱仪

备有火焰离子化检测器的任何实验室用气相色谱仪均适用。

4.2 注射器

微量注射器: $1\mu\text{L}$ 。

4.3 色谱柱

4.3.1 柱管

材质: 不锈钢;

长: 2m ;

内径: 2.2mm 。

4.3.2 填料

4.3.2.1 载体: Chromosorb W / AW / DMCS, 粒度 $150\sim 180\mu\text{m}$ ($80\sim 100$ 目)。

4.3.2.2 固定液: 对于无水产品,每 100g 干燥载体中含 10g Carbowax 20 M。对于含水产品或水溶液产品,推荐使用非极性固定液,例如硅橡胶 OV 1701。

4.3.3 色谱柱的老化

中华人民共和国化学工业部 1994-04-13 批准

1995-01-01 实施

150℃下通氮气 15 h。

4.4 检测器

火焰离子化检测器。

4.5 记录器

电位计式。

5 操作步骤

5.1 操作条件

5.1.1 进样器

温度: 200℃。

5.1.2 色谱柱

5.1.2.1 温度: 150℃。

5.1.2.2 载气流速: 30 mL/min。

5.1.3 检测器

氢气: 30 mL/min;

空气: 250 mL/min。

5.1.4 记录器

满刻度 1 mV。

5.2 校准

相对校正因子用苯酚相对于间甲酚或苯甲醚的质量来测定。

校正因子的测定应使用比例近似于被分析溶液的标准混合物。在检测器的动态线性范围内操作时, 该校正因子对所有浓度都是有效的。

$$F(2/1) = \frac{c_2}{c_1} \times \frac{A_1}{A_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $F(2/1)$ ——相对校正因子。用苯酚相对于间甲酚或苯甲醚的质量表示;

c_1 ——间甲酚或苯甲醚的质量浓度;

c_2 ——苯酚的质量浓度;

A_1 ——间甲酚或苯甲醚的峰面积;

A_2 ——苯酚的峰面积。

5.3 测定

5.3.1 试液的制备

最好使用丙酮作溶剂溶解样品。某些情况下, 可使用不影响色谱分离的甲醇、甲苯或 50% (V/V) 的甲苯/丙酮混合液作溶剂。

使用无苯酚的间甲酚作内标物, 若树脂中含有其它物质, 特别是间甲酚时, 就会干扰间甲酚作内标物使用。此种情况应使用不含酚的苯甲醚作内标物。

注: 是否需要稀释, 取决于所需要的浓度。

例如, 浓度为 0.5%~5% (m/m) 时, 称取 3 g 树脂 (m_0)、0.25 g 间甲酚或苯甲醚 (m_1), 共溶于 10.00 mL 丙酮中。

5.3.2 进样

用微量注射器注入约 1 μ L 按 5.3.1 制备的溶液。

5.3.3 记录

记录色谱图。用求积仪或积分仪测量峰面积。

6 结果的表示

6.1 计算方法

按下式计算残留苯酚含量,以质量百分数表示。

$$\frac{m_1}{m_0} \times F(2/1) \times \frac{A_2}{A_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_0 ——试料质量, g;
 m_1 ——内标物(间甲酚或苯甲醚)质量, g;
 $F(2/1)$ 、 A_1 、 A_2 ——同 5.2。

6.2 精密度(试验差)

6.2.1 残留苯酚 $\leq 2\%$ (m/m)

重复性 0.1% (m/m);

再现性 0.2% (m/m)。

6.2.2 残留苯酚 $> 2\%$ (m/m)

重复性: 5% (相对);

再现性: 10% (相对)。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 注明采用本标准;
- b. 试验树脂的全部标识;
- c. 与指定条件不同的试验条件;
- d. 按 6 规定的试验结果。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会化学方法分会归口。

本标准由中华人民共和国上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人朱宗锐、陈青、卢顺暑。

HG/T 2621—94
ISO 8974—1988

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准

气 相 色 谱 法 测 定
酚 醛 树 脂 中 残 留 苯 酚 含 量

HG/T 2621—94

ISO 8974—1988

*

编 辑 化 工 行 业 标 准 编 辑 部
(化 工 部 标 准 化 研 究 所)

邮 政 编 码 : 100011

印 刷 化 工 部 标 准 化 研 究 所

版 权 专 有 不 得 翻 印

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/4 字 数 6 000

1994 年 10 月 第 一 版 1994 年 10 月 第 一 次 印 刷

印 数 1—500

*

工 本 费 2.70 元