



中华人民共和国国家标准

GB/T 15928—2008
代替 GB/T 15928—1995

不饱和聚酯树脂基增强塑料中 残留苯乙烯单体含量的测定

Reinforced plastics based on unsaturated polyester resins—
Determination of residual styrene monomer content

2008-06-30 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
不饱和聚酯树脂基增强塑料中
残留苯乙烯单体含量的测定
GB/T 15928—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 0.5 字数 8 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-33603

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

前 言

本标准代替 GB/T 15928—1995《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》。

本标准与 GB/T 15928—1995 相比主要变化如下：

——增加了毛细管气相色谱法(见第 5 章)；

——删除了填充柱制备条件(GB/T 15928—1995 中的 4.6)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国纤维增强塑料标准化技术委员会归口。

本标准由上海玻璃钢研究院负责起草。

本标准主要起草人：王中林、张小苹。

本标准于 1995 年 12 月首次发布，本次为第一次修订。

不饱和聚酯树脂基增强塑料中 残留苯乙烯单体含量的测定

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定已固化不饱和聚酯树脂增强塑料及其浇铸体中残留苯乙烯单体含量的方法。

本标准适用于不饱和聚酯树脂增强塑料、不饱和聚酯树脂浇铸体中残留苯乙烯单体含量的测定。

2 规范性引用文件

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。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1446—2005 纤维增强塑料性能试验方法总则

GB/T 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

4.1 二氯甲烷：分析纯。

4.2 甲醇：分析纯。

4.3 正丁基苯：色谱纯。

4.4 苯乙烯：分析纯，新蒸馏的，在 0℃ 下保存，待用。苯乙烯和等体积的甲醇混合时应产生透明的溶液。

4.5 氮气、氢气和空气：纯度均为 99.999%，用作气相色谱的载气和燃料气。

5 仪器

5.1 气相色谱仪

5.1.1 色谱柱

填充柱和毛细管柱均可，建议采用壁涂开管柱型毛细管柱。

5.1.2 检测器

使用氢火焰离子化检测器(FID)，对苯的灵敏度高于 1×10^{-10} g。

5.1.3 进样器

可使用液体样品的进样器。若使用毛细管柱，可采用带分流的进样器。

5.1.4 数据处理器

使用记录仪或带微型计算机的数据处理器记录处理来自检测器的信号。

5.1.5 微量注射器

容量(1~5) μL 。

5.2 分析天平

感量 0.000 1 g。

6 试样

- 6.1 试样的制备和外观检查按 GB/T 1446—2005 第 4 章规定,试样数量不少于 2 个。
 6.2 样品形状一般为长 10 mm,宽 1 mm,厚 1 mm 的长条样品,也可为粉末样品。
 6.3 试样切割制作样品及干燥时,要避免会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 毛细管柱:选用弱极性固定液的开管柱,如 SE-54 壁涂开管柱。
 7.1.2 填充柱:选用弱极性商品填充柱,如 401 有机单体填充柱。
 7.1.3 典型仪器参数可见表 1。

表 1 典型仪器参数

色谱柱类型	毛细管柱	填充柱
固定液/单体	SE-54	401 有机单体
柱长/m	30	1.5~2
内径/mm	0.25	3~4
色谱柱温度/℃	恒温 130	恒温 170
进样器温度/℃	220	220
检测器温度/℃	250	250
载气	氮气	氮气
载气流量/(mL/min)	2.5~30	50~100
液体进样量/ μ L	0.5	5
氢气流量/(mL/min)	30	50
空气流量/(mL/min)	275	300~400

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,精确到 1 mg,定量地移入 1 000 mL 容量瓶中,用 2:1(体积比)二氯甲烷和甲醇配成的混合液稀释至刻度。稀释时保持液体温度在 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

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 配制的溶液稀释至刻度,混合均匀。稀释时保持液体温度在 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。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。加入的苯乙烯浓度依次为 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,用二氯甲烷稀释至刻度。在稀释时保持液体温度在 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

7.3.2 样品中苯乙烯的萃取

称取(1~2)g 样品,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,浸泡试样 24 h,不时加以摇动,并保持瓶口密闭。然后用水抽提泵快速过滤,收集滤液。

7.3.3 样品测定

用微量注射器取 0.5 μL (填充柱取 5 μL) 的 7.3.2 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 7.2.2 可查得对应的苯乙烯浓度 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树脂增强塑料,其树脂含量按 GB/T 2577 测定。

8 计算

8.1 色谱峰面积

8.1.1 由色谱仪直接计算。

8.1.2 按式(1)分别计算苯乙烯峰面积与正丁基苯峰面积 A :

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

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,可采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按式(2)计算:

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

$$k = \frac{n' \sum xy - \sum x \cdot \sum y}{n' \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$b = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum x \sum xy}{n' \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

x ——自变量(苯乙烯浓度);

y ——应变量(苯乙烯峰面积与正丁基苯峰面积之比 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 试样中残留苯乙烯单体含量按式(5)计算:

$$S = \frac{c \cdot V}{m} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

S ——残留苯乙烯单体含量,单位为毫克每克(mg/g);

c ——试验测得苯乙烯浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——萃取液体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

8.4 不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量按式(6)计算:

$$S_R = \frac{S}{p} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

S_R ——不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量,单位为毫克每克(mg/g);

S ——同式(5);

p ——试样中不饱和聚酯树脂的质量分数, %。

9 试验结果

不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量平均值按式(7)计算:

$$\overline{S_R} = \frac{\sum S_{Ri}}{n} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$\overline{S_R}$ ——不饱和聚脂树脂中残留苯乙烯单体含量的平均值,单位为毫克每克(mg/g);

S_{Ri} ——不饱和聚酯树脂中残留苯乙烯单体含量单值,单位为毫克每克(mg/g);

n ——样品数量。

10 试验报告

按 GB/T 1446—2005 第 7 章规定。



GB/T 15928-2008

版权专有 侵权必究

书号:155066 • 1-33603