



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 37196—2018

---

## 塑料 聚醚多元醇/聚合物多元醇 醛酮含量的测定

Plastics—Polyether polyols/polymeric polyols—  
Determination of aldehydes and ketones

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

---

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本标准主要起草单位：中国石化上海高桥石油化工有限公司、长华化学科技股份有限公司、山东蓝星东大有限公司、江苏钟山化工有限公司、万华化学集团股份有限公司、山东一诺威新材料有限公司、黎明化工研究设计院有限责任公司。

本标准主要起草人：陆巍、陈凤秋、孔伟、吴亚清、阎露海、徐一东、刘根兰、程英、张丽、史淑慧。

## 塑料 聚醚多元醇/聚合物多元醇 醛酮含量的测定

**警示——**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准未涉及与使用有关的任何安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定聚醚多元醇或聚合物多元醇中的醛酮含量。

本标准适用于聚醚多元醇或聚合物多元醇中甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮含量的测定,其他含羰基的化合物含量测定可参考本标准。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**衍生化 derivatization**

通过化学反应将样品中难于检测的目标化合物定量转化成易于检测的化合物,通过后者的检测可以对目标化合物进行定性和(或)定量分析。

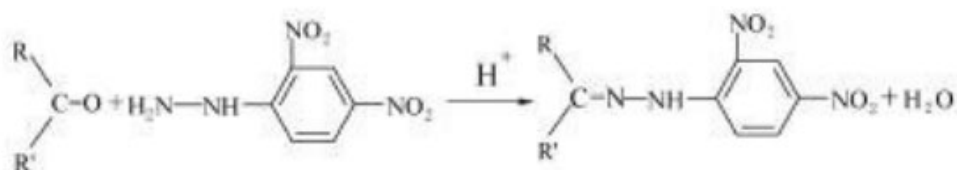
#### 3.2

**腙类衍生物 hydrazone derivatives**

含羰基的化合物组分在强酸作用下,与 2,4-二硝基苯肼(以下简称 DNPH)反应,生成稳定的化合物。

### 4 方法概要

样品中含羰基的化合物组分在强酸作用下,与 DNPH 反应生成稳定有颜色的腙类衍生物,用高效液相色谱对腙类衍生物进行检测,采用保留时间定性,峰面积定量,从而得出样品中的醛/酮物质的含量,其化学反应方程式如下:



5 液相色谱的操作条件

液相色谱操作条件见表 1,此色谱操作条件中的参数视实际情况可调整,色谱柱分离度应不小于 1.2。

表 1 液相色谱的操作条件

| 项 目                    | 条 件                                                          |
|------------------------|--------------------------------------------------------------|
| 流动相                    | $V_{乙腈} : V_{水} = 70 : 30$                                   |
| 流速/(mL/min)            | 1.0                                                          |
| 色谱柱                    | $C_{18}$ 反相高效液相色谱柱 $\phi 4.6\text{ mm} \times 250\text{ mm}$ |
| 进样体积/ $\mu\text{L}$    | 10                                                           |
| 柱温/ $^{\circ}\text{C}$ | 40                                                           |
| 紫外检测器检测波长/nm           | 360                                                          |
| 洗脱方式                   | 等度洗脱                                                         |

6 试剂、溶液与材料

6.1 标准品

醛/酮-DNPH 混标(包含甲醛-DNPH、乙醛-DNPH、丙烯醛-DNPH 和丙酮-DNPH): $\rho = 15\text{ }\mu\text{g/mL}$ ,该浓度为醛/酮-DNPH 混标相对应的甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮的质量浓度,溶剂为乙腈。

注:市售的醛/酮-DNPH 混标在使用前的存放按照供应商提供的储存规定进行。

6.2 混标标准溶液的配制

以标准品(6.1)为母液,乙腈为溶剂,分别配制成不同浓度的混标标准溶液见表 2。

表 2 混标标准溶液的配制

| 混标标准溶液 | 标准品加入量         | 乙腈加入量/mL | 甲醛质量浓度/ $\mu\text{g/mL}$ | 乙醛质量浓度/ $\mu\text{g/mL}$ | 丙烯醛质量浓度/ $\mu\text{g/mL}$ | 丙酮质量浓度/ $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|----------------|----------|--------------------------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|
| 标液 1   | 吸取 1.0 mL 母液   | 5.0      | 2.50                     | 2.50                     | 2.50                      | 2.50                     |
| 标液 2   | 吸取 4.0 mL 标液 1 | 6.0      | 1.00                     | 1.00                     | 1.00                      | 1.00                     |
| 标液 3   | 吸取 5.0 mL 标液 2 | 5.0      | 0.50                     | 0.50                     | 0.50                      | 0.50                     |
| 标液 4   | 吸取 4.0 mL 标液 3 | 6.0      | 0.20                     | 0.20                     | 0.20                      | 0.20                     |
| 标液 5   | 吸取 5.0 mL 标液 4 | 5.0      | 0.10                     | 0.10                     | 0.10                      | 0.10                     |
| 标液 6   | 吸取 5.0 mL 标液 5 | 5.0      | 0.05                     | 0.05                     | 0.05                      | 0.05                     |
| 标液 7   | 吸取 4.0 mL 标液 6 | 6.0      | 0.02                     | 0.02                     | 0.02                      | 0.02                     |
| 标液 8   | 吸取 5.0 mL 标液 7 | 5.0      | 0.01                     | 0.01                     | 0.01                      | 0.01                     |
| 标液 9   | 吸取 5.0 mL 标液 8 | 5.0      | 0.005                    | 0.005                    | 0.005                     | 0.005                    |

### 6.3 DNPH

分析纯。

### 6.4 DNPH 溶液

$\rho=1\text{ g/L}$ ，配制：称取 1 g DNPH，精确至 0.1 g，置于 1 000 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至 1 000 mL。

### 6.5 磷酸

分析纯( $\geq 85\%$ )。

### 6.6 磷酸溶液

$\varphi=1\%$ 。配制：吸取 1 mL 磷酸置于 100 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至 100 mL。

### 6.7 有机针式滤膜

$\phi 0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

### 6.8 有机滤膜

$\phi 0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

### 6.9 混合滤膜

$\phi 0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

### 6.10 乙腈

HPLC 级，用砂芯过滤器(带滤膜)抽滤，滤膜为  $\phi 0.22\text{ }\mu\text{m}$  有机滤膜。

### 6.11 水

符合 GB/T 6682 规定的一级水，用砂芯过滤器(带滤膜)抽滤，滤膜为  $\phi 0.22\text{ }\mu\text{m}$  混合滤膜。

## 7 仪器

7.1 高效液相色谱仪：包括溶液输送单元、自动进样器、色谱柱恒温箱、紫外可见光可变波长检测器等。

7.2 分析天平：精确到 0.000 1 g。

7.3 恒温水浴槽：精确到 0.1  $^{\circ}\text{C}$ 。

7.4 刻度吸管：1 mL、5 mL、10 mL。

7.5 具塞试管：10 mL。

7.6 砂芯过滤器。

7.7 超声波清洗器。

7.8 实验室一般仪器。

## 8 试验步骤

### 8.1 样品前处理

称取 0.3 g~0.4 g 样品,精确到 0.000 1 g,置于 10 mL 具塞试管中,加入适量的乙腈使样品完全溶解,加入 5 mL DNPH 溶液,再加入 1 mL 磷酸溶液,震荡摇匀,用乙腈稀释至刻度,密封摇匀。将具塞试管放入(60±1)℃ 恒温水浴中衍生反应 60 min,试管中试样液面低于水溶液面,期间摇匀一次。60 min 后拿出试管冷却至室温,同时做空白试验。

### 8.2 标准工作曲线的制作

按照表 1 操作条件,用高效液相色谱仪分别对 6.2 中所配制混标标准溶液进行分析,得到醛/酮-DNPH 的峰面积。以表 2 中相应醛/酮浓度为横坐标,醛/酮-DNPH 的峰面积为纵坐标,分别绘制甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮的标准工作曲线。

### 8.3 样品分析

吸取适量 8.1 中处理后样品,用  $\phi 0.22\ \mu\text{m}$  有机针式滤膜过滤至液相色谱进样瓶,在表 1 的操作条件下,进样分析得到醛/酮-DNPH 的峰面积,根据 8.2 标准工作曲线得到处理后样品中甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮的含量。

## 9 结果计算

样品中的甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮的含量  $X_i$ ,以  $\mu\text{g/g}$  表示,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(A_i - A_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A_i$  ——经过 8.1 处理后样品中甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮的含量,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$A_0$  ——空白 8.1 处理后的甲醛、乙醛、丙烯醛和丙酮的含量,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——样品经过处理后稀释的总体积(按 8.1 处理后试样体积为 10 mL),单位为毫升(mL);

$m$  ——样品的质量,单位为克(g)。

## 10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于  $0.7\ \mu\text{g/g}$ ,以大于  $0.7\ \mu\text{g/g}$  的情况不超过 5% 为前提。

## 11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 试验对象;
- b) 所使用的标准(包括发布或出版年号);
- c) 检测结果;

- d) 观察到的异常现象；
  - e) 试验日期；
  - f) 其他的相关信息。
-