



中华人民共和国国家标准

GB/T 4615—2008
代替 GB/T 4615—1984

聚氯乙烯树脂 残留氯乙烯单体含量的测定 气相色谱法

**Poly(vinyl chloride)—Determination of residual vinyl chloride monomer content—
Gas chromatographic method**

(ISO 6401:1985,Plastice—Homopolymer and copolymer resins of vinyl
chloride—Determination of residual vinyl chloride monomer—
Gas chromatographic method,NEQ)

2008-06-04 发布

2008-12-01 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

前 言

本标准对应于 ISO 6401:1985(E)《塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 残留氯乙烯单体的测定 气相色谱法》，与 ISO 6401:1985(E)的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 4615—1984《聚氯乙烯树脂中残留氯乙烯单体含量的测定方法》。

本标准与 GB/T 4615—1984 主要差异如下：

- 修改了标准中英文名称；
- 删除了样品瓶的示意图(1984 年版图 1)；
- 将液上法内容列为方法 A,附录 A 内容列为方法 B；
- 增加了采用标准曲线的注(本版 6.1.2 注 2,7.1.2 注 2)；
- 增加了使用已知浓度标准气的注(本版 6.1.2 注 3,7.1.2 注 3)；
- 修改了标准样配制中注入标准气的体积(1984 年版第 9 章,本版第 6 章、第 7 章)；
- 修改了固上法的最低检出量(1984 年版附录 A 第 3 段,本版第 1 章)；
- 附录 B 修改为附录 A(1984 年版附录 B,本版附录 A)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会聚氯乙烯树脂产品分会(SAC/TC 15/SC 7)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、新疆天业(集团)有限公司。

本标准主要起草人:郝晶、陈沛云、李芳、孙丽娟。

本标准于 1984 年首次发布。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

聚氯乙烯树脂 残留氯乙烯单体含量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了两种采用顶空气相色谱法测定聚氯乙烯(PVC)中残留氯乙烯单体(RVCM)含量的方法,即方法 A(液上顶空气相色谱法)和方法 B(固上顶空气相色谱法)。

本标准方法 A 适用于氯乙烯均聚及共聚树脂及其制品中残留氯乙烯单体含量的测定;方法 B 适用于氯乙烯均聚树脂(聚氯乙烯)中残留氯乙烯单体含量的测定。

对于氯乙烯均聚树脂,以方法 B 为仲裁方法。

本标准方法 A 最低检出量 0.5 mg/kg;方法 B 最低检出量 0.1 mg/kg。

2 原理

2.1 方法 A

将试样在密封的玻璃瓶中溶解或悬浮在适宜溶剂中,经一定时间的加热调节使氯乙烯在气液两相之间达到平衡,气体自顶空取出,注入气相色谱中,组分在柱中得到分离并经氢火焰离子化检测器(FID)检出。

2.2 方法 B

将试样密封于玻璃瓶中,经一定时间的加热调节使氯乙烯在气固两相之间达到平衡,气体自顶空取出,注入气相色谱仪中,组分在柱中得到分离并经 FID 检出。

3 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

3.1 氯乙烯(VCM),纯度 $>99.5\%$ 。

3.2 氯乙烯标准气,市售含氮气、空气或氦气的已知浓度的氯乙烯标准气。

警告——氯乙烯是有毒物质,并且在室温是气体,接触操作必须在通风橱中进行。

3.3 N,N-二甲基乙酰胺(DMAC),在测试条件下不含与氯乙烯的色谱保留时间相同的任何杂质。

3.4 氮气,纯度满足气相色谱分析要求,使用前需经过净化处理。

3.5 氦气,纯度满足气相色谱分析要求,使用前需经过净化处理。

3.6 空气,应无腐蚀性杂质,使用前需经过净化处理。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,具备自动进样装置或手动进样装置。

4.2 氢火焰离子化检测器。

4.3 色谱柱,所使用的色谱柱应能使试样中杂质与氯乙烯完全分开。附录 A 给出了适宜的色谱柱及试验条件,也可选择其他同等效果的色谱柱。

4.4 数据处理系统,或等效系统,用于采集及处理气相色谱信号。

4.5 恒温器,可控制在 $(70\sim 90)^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

4.6 气密注射器,1 mL、5 mL 或其他适宜体积。