

ICS 59.080.01  
W 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20389—2006

---

## 腈纶纤维中丙烯腈残留量的测定

Determination of acrylonitrile residues in acrylic fibre

2006-05-25 发布

2006-12-01 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

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础分会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位:上海市纺织科学研究院、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:陈芸、郑宇英、杨海英。

## 腈纶纤维中丙烯腈残留量的测定

**警告**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。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

本标准规定了采用气相色谱-质量选择检测器(GC-MSD)测定腈纶纤维中丙烯腈残留量的方法。本标准适用于腈纶纤维。

### 2 原理

采用固相微萃取装置萃取试样上残留的丙烯腈,用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC-MSD)测定,采用选择离子检测进行确证,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯的试剂。

#### 3.1 甲醇。

3.2 丙烯腈标准品:纯度 $\geq 99\%$ ,CAS No. 107-13-1,分子量 53。

3.3 丙烯腈标准储备溶液(1 000 mg/L):在已准确称量过的含有适量甲醇(3.1)的 100 mL 容量瓶中称入 100 mg 丙烯腈标准品,精确至 0.1 mg,用甲醇稀释至刻度,配成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

3.4 丙烯腈标准工作溶液(10 mg/L):吸取 1 mL 标准储备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度。根据需要可配制成其他合适的浓度。现配现用。

注:标准储备溶液在 4℃ 条件下保存,有效期为一周。

### 4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。

4.2 固相微萃取装置:SPME 纤维,85  $\mu\text{m}$  Polyacrylate Coating 或相当者。

4.3 微量注射器:10  $\mu\text{L}$ 。

4.4 样品瓶:40 mL 透明螺纹口瓶,配有聚四氟乙烯(PTFE)隔垫。

4.5 恒温烘箱:可于(60 $\pm$ 2)℃恒温。

### 5 分析步骤

#### 5.1 固相微萃取

准确称取 2.0 g(精确至 0.01 g)试样,置于 40 mL 样品瓶(4.4)内,封口。将样品瓶置于(60 $\pm$ 2)℃的恒温烘箱(4.5)内,30 min 后取出,固定好样品瓶,将固相微萃取针管穿透样品瓶隔垫插入瓶中,推手柄杆使纤维头伸出针管,纤维头置于试样上方 1 mm 为宜,再放置在(60 $\pm$ 2)℃烘箱内 15 min,完成吸附。

#### 5.2 测定

##### 5.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。