

ICS 83.080.20

CCS G 31

CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗  
氧剂中钙、镁、铝、锌、磷的测定  
电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of calcium, magnesium, aluminium, zinc, and phosphorus in  
acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) resin antioxidant by inductively  
coupled plasma optical emission spectrometry

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布



## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中国石油天然气股份有限公司大庆石化分公司、大庆油田有限责任公司。

本文件主要起草人：张岩、王磊、赵铁凯、陈斯佳、荣丽丽、田炳全、梁立伟、方宏、姜伟、刘丽莹。

# 丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了用电感耦合等离子体发射光谱法测定测定丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷含量的方法。

本文件适用于丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷含量的测定，测定范围见表1。

表 1 各元素的测定范围

元素	测定范围/%
Ca	0.010~2.000
Mg	0.005~0.100
Al	0.010~0.200
Zn	0.010~2.000
P	0.020~4.000

注：对于元素浓度范围超出规定的试样也可采用本文件进行测定，但其精密度未经验证。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法概要

称取一定质量的样品于石英烧杯中，加入硝酸-高氯酸，放在控温加热板上缓慢加热，并逐渐升温，等到微沸时停止升温，继续加热直至变成透明液体，继续加热至近干；冷却后，用 2%稀硝酸（v/v）溶液溶解后，转移至 50 mL 容量瓶中，用 2%稀硝酸（v/v）溶液定容至刻度；用等离子体发射光谱仪测定钙、镁、铝、锌、磷的含量。

## 5 试剂和材料

5.1 浓硝酸：优级纯，浓度 65 %~68 %。

警告：强腐蚀性、强氧化性。

5.2 高氯酸：优级纯，浓度 70 %~72 %。

警告：强腐蚀性、强氧化性。

5.3 2 %稀硝酸（v/v）：取1体积浓硝酸加入到49体积的去离子水中。

5.4 10 %稀硝酸（v/v）：取1体积浓硝酸加入到9体积的去离子水中。

5.5 钙标准溶液：1000 mg/L。也可以是其它浓度的商品化标准溶液。

5.6 镁标准溶液：1000 mg/L。也可以是其它浓度的商品化标准溶液。

5.7 铝标准溶液：1000 mg/L。也可以是其它浓度的商品化标准溶液。

5.8 锌标准溶液：1000 mg/L。也可以是其它浓度的商品化标准溶液。

5.9 磷标准溶液：1000 mg/L。也可以是其它浓度的商品化标准溶液。

5.10 去离子水：符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

5.11 高纯氩气：纯度99.99%（v/v）。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：具备石英ICP炬管和射频发生器，能形成并维持等离子体的发射光谱仪。

6.2 控温加热板：温控范围室温~300 °C，温控精度±2 °C，加热功率1500 W。

6.3 电子天平：感量±0.0001 g。

6.4 塑料容量瓶：50 mL，100 mL，250 mL。

6.5 移液管：1.0 mL，2.0 mL，5.0 mL，10.0 mL，20.0 mL。

6.6 石英烧杯：100 mL。

## 7 试验步骤

### 7.1 准备工作

7.1.1 容器清洗：本实验所用全部玻璃器皿使用前均用稀硝酸溶液（5.4）浸洗，再用自来水、去离子水（5.10）冲洗干净，每次用完均需按此法处理。

7.1.2 钙、铝、锌混合标准储备溶液（100 mg/L）：用移液管（6.5）分别移取钙、铝、锌标准溶液（5.5，5.7，5.8）10mL，置于 100 mL 塑料容量瓶中，用 2%稀硝酸（5.3）定容至刻度，摇匀，得到混合标准储备溶液浓度为 100 mg/L。

7.1.3 镁标准储备溶液（50 mg/L）：用移液管分别移取镁标准溶液（5.6）5mL，置于100mL塑料容量瓶中，用2%稀硝酸定容至刻度，摇匀，得到镁标准储备溶液浓度为50 mg/L。

7.1.4 磷标准储备溶液（200 mg/L）：用移液管移取磷标准溶液（5.9）20mL，置于100mL塑料容量瓶中，用去离子水（5.10）定容至刻度，摇匀，得到磷标准储备溶液浓度为200 mg/L。

7.1.5 钙、镁、铝、锌混合标准系列的配制：用移液管分别移取钙、铝、锌混合标准储备溶液（7.1.2）和镁标准储备溶液（7.1.3）0.0 mL、1.0mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 分别置于 100 mL 塑料容量瓶中，用 2%稀硝酸定容至刻度，摇匀，依次得到空白溶液和混合标准系列（其中钙、铝、锌标准系列浓度为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L，镁标准系列浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L）。

7.1.6 磷标准系列的配制：用移液管移取磷标准储备溶液（7.1.4）0.0 mL、1.0mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 分别置于 100 mL 塑料容量瓶中，用去离子水定容至刻度，摇匀，依次得到空白溶液和磷标准系列浓度（2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L）。

## 7.2 试样溶液的制备

称取一定质量（精确到 0.0001g）混合均匀的样品于石英烧杯中，加入 5 mL 浓硝酸，放在控温加热板（6.2）上缓慢加热，并逐渐升温到 150℃左右硝酸分解，继续加热至近干；加入 2 mL 高氯酸，升温到 210℃左右加热直至变成透明液体，继续加热至近干；冷却后，用 2%稀硝酸溶液转移至塑料容量瓶中，并定容至刻度；用等离子发射光谱仪测定钙、镁、铝、锌、磷的含量。

根据试样中各元素的含量，按表 2 和表 3 的规定称取试样质量和稀释体积。

表 2 含钙、镁、铝、锌样品的制备

Ca、Mg、Al、Zn 质量分数/%	试样量/g	试样体积/mL
0.005~0.200	0.50	50
0.200~2.000	0.25	250

表 3 含磷元素样品的制备

P 质量分数/%	试样量/g	试样体积/mL
0.020~0.400	0.50	50
0.400~4.000	0.25	250

## 7.3 样品空白溶液的制备

按上述条件制备空白溶液，除不添加试样外，操作步骤、所用试剂均与试样溶液制备相同。

注：试验在通风橱中进行。

## 7.4 仪器准备

7.4.1 按照 GB/T 23942 规定进行仪器操作，建立适当的仪器工作条件，以便能测量目标元素。仪器推

荐的工作条件见附录 A 中的表 A.1，各元素推荐的测定波长参见附录 A 中的表 A.2。

7.4.2 测试中如有光谱干扰，建议重新选择分析物波长进行测试。

7.4.3 点燃等离子体炬预热过程，需检查氩气流量，泵速及雾化室进样等是否运行正常，视仪器的具体规格，预热时间不作统一规定，建议稳机 15 min~20 min 再进行测试。

## 7.5 检测

### 7.5.1 标准曲线的绘制

在设定的仪器工作条件下，分别测定配制好的空白溶液和标准系列溶液（7.1.5，7.1.6），以各元素浓度为横坐标，发射光谱强度为纵坐标绘制标准工作曲线。标准曲线的相关系数达到 0.999，满足分析要求。

### 7.5.2 试样溶液的测定

在设定的仪器工作条件下对试样溶液进行测定，同时测定样品空白溶液，所得试样溶液中各元素的浓度使用浓度直读方式读取。每分析完 8 个试样，要用标准溶液中的任意一个做为校正溶液校正一次，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 5%，否则应重新建立标准曲线，直到该标准校正溶液的测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 5%后再重新分析试样溶液。如果试样溶液中元素的浓度超过校准曲线的线性范围，可进行适当的稀释后再测定。

注：如果仪器有自动扣除空白值功能，可以在测定试样溶液之前将仪器设为自动扣除模式；如果仪器没有此功能，在完成试样溶液的测定后，再手动扣除。

## 8 结果计算

样品中各元素的质量分数 X，数值以百分数表示，按下式计算：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \times D \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C—仪器直接测定的样品中各元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C<sub>0</sub>—样品空白溶液中各元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V—容量瓶的体积，单位为毫升（mL）；

m—试样取样量，单位为克（g）；

D—稀释倍数，待测样品不需要稀释时 D 为 1，需要再稀释时 D 为稀释后的体积除以取样体积。

取两次平行测定结果的算术平均值为试验结果。按照 GB/T 8170 的规定，计算结果大于 1 时保留四位有效数字，小于 1 时保留小数点后三位。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用同一设备，按相同的测试方法并在短时间内对同一被测对象相互独立测试获得的两次独立测试结果之差（每个值均为两次结果的算数平均值）不大于表 2 中列出的重复性。

## 9.2 再现性

在不同实验室，由不同操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果之差（每个值均为两次结果的算数平均值）不大于表 4 中列出的再现性。

表 4 精密度结果

单位为%

Ca 的质量分数	0.011	0.063	0.190	0.486	1.467	1.901
Ca 的重复性	0.0016	0.0027	0.0067	0.0150	0.0294	0.0568
Ca 的再现性	0.0032	0.0040	0.0139	0.0278	0.0506	0.0919
Mg 的质量分数	0.005	0.013	0.021	0.042	0.083	0.095
Mg 的重复性	0.0011	0.0014	0.0018	0.0024	0.0031	0.0047
Mg 的再现性	0.0015	0.0028	0.0047	0.0053	0.0061	0.0080
Al 的质量分数	0.011	0.022	0.052	0.115	0.144	0.184
Al 的重复性	0.0018	0.0021	0.0028	0.0059	0.0062	0.0072
Al 的再现性	0.0029	0.0034	0.0049	0.0078	0.0107	0.0110
Zn 的质量分数	0.013	0.042	0.188	0.425	1.513	1.833
Zn 的重复性	0.0011	0.0018	0.0059	0.0138	0.0518	0.0731
Zn 的再现性	0.0015	0.0029	0.0111	0.0202	0.1000	0.1116
P 的质量分数	0.026	0.115	0.331	1.136	2.052	3.499
P 的重复性	0.0018	0.0054	0.0153	0.0733	0.0931	0.1301
P 的再现性	0.0026	0.0097	0.0233	0.0916	0.1171	0.2363

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试样本身必要的详细说明；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果；
- d) 测定过程中存在的异常；
- e) 试验日期、试验报告出具日期、实验室名称和地址。

附 录 A  
(资料性)  
仪器工作参数和元素波长

测定钙、镁、铝、锌、磷推荐的电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件见表 A.1。

表 A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪推荐工作条件

项目	工作参数
射频功率	1300 W
样品提升量	1.0 L/min
等离子气流量	15 L/min
辅助气流量	0.2 L/min
雾化气流量	0.8 L/min

测定钙、镁、铝、锌、磷推荐的测定波长参见表 A.2。

表 A.2 测定元素推荐波长

元素	推荐波长/nm
Ca	393.366 396.847 422.673
Mg	279.553 285.213
Al	396.153
Zn	202.548 206.200 213.856
P	213.618

---

# 丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧化剂中钙、镁、铝、锌、磷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

## 编制说明

（征求意见稿）

中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院

2022年12月

## 1 工作简况

### 1.1 任务来源

根据《2020年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准立项审查结果》，由中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院负责《丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》团体标准制定工作。本标准由中国石油和化学工业联合会团体标准化工作委员会归口，制定的起止时间为2020年7月~2022年7月，项目计划编号20203329。

### 1.2 标准主要起草单位、协作单位、主要起草人

本文件由中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院主要起草，中国石油天然气股份有限公司大庆石化公司、中国石油天然气股份有限公司大庆勘探开发研究院等单位协作起草。

本文件主要起草人：张岩、王磊、赵铁凯、陈斯佳、荣丽丽、姜伟、田炳全、梁立伟、方宏、刘丽莹。

### 1.3 制定本标准的意义

丙烯腈-丁二烯-苯乙烯三种单体的三元共聚物即ABS树脂（以下简称为ABS），是一种综合性能优良的热塑性工程塑料，广泛用于汽车、家电、通讯器材及日用品等领域。因其含有不饱和链段，在受热或应力等外界作用下容易老化，出现颜色变黄、力学性能下降等现象，使ABS降解。抗氧剂能有效抑制聚合物的氧化，在ABS聚合过程中加入抗氧剂，能减缓ABS老化，因而抗氧剂被广泛应用于ABS树脂中。

亚磷酸盐是一种常用的抗氧剂，适量的亚磷酸盐可以在挤出高温段保护ABS树脂的耐热稳定性，但亚磷酸盐易水解，使抗氧剂其他成分水解后析出影响抗氧剂的稳定性；硫酸盐、碳酸盐及亚磷酸酯类是ABS加工用的辅助抗氧剂的主要品种，它与受阻酚类抗氧剂配合使用，不仅提高ABS高胶粉的耐热氧化性能，还有助于提高ABS初始颜色；油酸盐、硬脂酸盐（主要是碱金属）做为抗氧剂乳液可以提高抗氧剂的热稳定性。加入这些抗氧剂能够有效地提高ABS树脂的加工稳定性、耐热稳定性、色泽改良性和耐候性。但金属离子含量过高，会加速ABS的老化，稳定性变差。这些盐类主要是钙、镁、铝、锌等离子，通过测定钙、镁、铝、锌和磷的含量，便可推算出油酸盐、硬脂酸盐、硫酸盐、碳酸盐及亚磷酸酯的加入比例，使生产厂能及时了解抗氧剂的使用情况，选择合适的抗氧剂种类、复配比例和添加量，进而生产出性能优良的ABS材料。

制定本标准，将规范实验室测定丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷含量的方法，及时了解抗氧剂的配方组成，对抗氧剂的组成进行优化，提高ABS的耐老化性能；同时还可用于指导实际生产工艺，有利于抗氧剂的国产化，提高我国抗氧剂的研制和生产水平。ABS抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷的测定目前没有相应国际、国标和行业标准，制定本标准具有一定的先进性和实用性。

### 1.4 标准制定的工作过程

本文件申报前期已经在本单位实验室开展了前期试验考察，并查阅了国内外相关文献和标准，拟定了航空生物燃料原料及产品微量元素测定的标准草案，于2020年7月召开的中国石油和化学工业联合会团体标准制修订会议上通过了标委会的审查。

截至目前，本文件主要开展工作如下：

2020年7月~10月，开始成立标准编制工作小组，编制工作小组开展查阅有关文献、资料和调研，编写具体工作方案。

2020年11月~2021年2月，收集试样，考察样品微波灰化条件。

2021年3月~6月，考察相应仪器操作条件。

2021年7月~10月，进行试样分析，考察方法回收率。

2021年11月~2022年1月，补充并完善标准编制说明和标准研究报告的撰写工作。

2022年2、3月，收集试样，精选试验室，进行对比试验。

2022年4、5月，开展精密度试验，完成精密度试验总结。

2022年6月，完成并提交标准文本草案、标准编制说明和标准研究报告。

2022年7月~9月，完成征求意见稿。

## 2 标准编制原则及标准编制依据

### 2.1 相关参考标准

SH/T 1829 塑料 聚乙烯和聚丙烯树脂中微量元素含量的测定（电感耦合等离子体发射光谱法）

GB/T 33422 热塑性弹性体 重金属含量的测定（电感耦合等离子体原子发射光谱法）

### 2.2 标准编制原则

标准制定本着“先进性、科学性和适用性”原则，制定过程做到统一、协调、优化，同时确保方法的准确性、实用性、可行性，既符合国内外发展的需要，也满足国内目前的实际需求情况。

### 2.3 标准编制依据

查询国内外相关标准资料，参考现有标准，按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求起草标准草案。

## 3 国内外相应标准现状分析

目前，国内外对于丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷的测定没有明确可执行的国标和行标。关于ABS树脂抗氧剂中某些元素测定，大部分实验室均没有相关的测定方法，与抗氧剂相关的标准有ASTM D6042-2004《液相色谱法测定均聚聚丙烯中酚类抗氧剂和芥酸酰胺爽滑剂的试验方法》，与其等效的GB/T 25277-2010《塑料 均聚聚丙烯中酚类抗氧剂和芥酸酰胺爽滑剂的测定（液相色谱法）》；SN/T 1504.1-2014《食品容器、包装用塑料原料 聚丙烯中酚类抗氧剂和芥酸酰胺爽滑剂的测定方法 液相色谱法》；SN/T 1504.2-2017《食品容器、包装用塑料原料 聚丙烯中酚类抗氧剂和芥酸酰胺爽滑剂的测定方法 液相色谱法》。这些标准，都是用液相色谱法测定某一主抗氧剂的含量，都不是测定抗氧剂中无机元素的含量。

## 4 制定标准的主要内容

### 4.1 标准测定范围的确定

本文件规定了用电感耦合等离子体发射光谱法测定丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷含量的方法。本文件适用于丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷含量的测定，钙、铝、锌的测定范围为0.010%~2.000%，镁的测定范围为0.005%~0.100%，磷的测定范围为0.020%~4.000%。

## 4.2 标准测定方法的确定

根据丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）树脂抗氧剂中钙、镁、铝、锌、磷含量范围，最适合的测定仪器为电感耦合等离子体原子发射光谱仪。有机样品处理方法一般采用干灰化法和湿消解法。干灰化法能分解大多数有机物质，但对于含硫酸盐和磷酸盐的样品，高温灰化后灰分会粘连坩埚器壁，或者与坩埚表面发生反应，而ABS辅助抗氧剂中一般含有大量的硫酸盐和磷酸盐；灰化产物中经常会有一些不溶物的残渣，可能是形成了不溶的氧化物，或者是与其它的试样组分相结合的产物。如铝，高温灰化后形成难溶的氧化铝，样品采用灰化法铝的测定结果回收率很低。因此，本标准不适合用干灰化法，需采用湿消解法。

### 4.2.1 标准工作曲线的配制

按照文本操作步骤配制标准空白溶液和标准工作曲线。钙、铝、锌标准系列浓度为1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L，镁标准系列浓度为0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L，磷标准系列浓度0、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L。

### 4.2.2 试样溶液的制备

称取一定质量混合均匀的样品于石英烧杯中，加入5 mL浓硝酸，放在控温加热板上缓慢加热，并逐渐升温到150℃左右硝酸分解，继续加热至近干；加入2 mL高氯酸，升温到210℃左右加热直至变成透明液体，继续加热至近干；冷却后，用2%稀硝酸溶液转移至塑料容量瓶中，并定容至刻度；用等离子体发射光谱仪测定钙、镁、铝、锌、磷的含量。

### 4.2.3 样品空白溶液的制备

按上述条件制备空白溶液，除不加样品外，操作步骤和所用试剂与样品处理时相同。

注：试验在通风橱中进行。

### 4.2.4 仪器工作条件的确定

在ICP发射光谱中，影响分析性能的因素较多。除仪器特性明显影响分析性能外，仪器的主要工作参数如分析线、射频功率、雾化器流量、样品提升量等与元素的物理化学性质及测定方法有着复杂的关系，而且以信背比作为优化目标可以得到较好的检出限，因此通过试验分别考察了分析线、射频功率、雾化器流量与信背比的关系，优选出各元素测量的最佳仪器操作条件，以便获得较好的分析性能。仪器工作条件中等离子体冷却气及辅助气的波动对谱线强度影响不显著，样品提升量可在较宽的范围内波动，对分析信背比的影响并不显著，因此只需选择仪器推荐的最佳条件即可。

### 4.2.5 消解条件的确定

有机样品的制备一般采用干灰化法和湿消解法。干灰化法能分解大多数有机物质，但对于含硫酸盐和磷酸盐的样品，高温灰化后灰分会粘连坩埚器壁，或者与坩埚表面发生反应。ABS辅助抗氧剂中一般含有大量的硫酸盐和磷酸盐。灰化产物中经常会有一些不溶物的残渣，可能是形成了不溶的氧化物，或者是与其它的试样组分相结合的产物。因此，ABS抗氧剂不适合用干灰化法制备，需采用湿消解法制备。

#### 4.2.5.1 氧化酸种类的选择

湿消解法一般采用的氧化性酸为硝酸-高氯酸和硫酸-双氧水体系，对两种酸体系的测定结果以回收

率的形式进行考察。结果表明硝酸-高氯酸和硫酸-双氧水体系测定 ABS 抗氧剂中各元素的回收率都满足测定要求，但硫酸-双氧水体系在后期除酸时用时过长，因此本方法选择硝酸-高氯酸体系。

#### 4.2.5.2 氧化酸用量的考察

为减少酸的污染，并能准确消解样品，本方法对氧化酸的用量进行考察。先考察单独用高氯酸消解样品时的用量，再考察有硝酸辅助消解时高氯酸的用量。最后选择硝酸-高氯酸的用量为 5mL HNO<sub>3</sub> 和 2mL HClO<sub>4</sub>。

#### 4.2.6 检测

##### 4.2.6.1 标准曲线的绘制

在设定的仪器工作条件下，分别测定配制好的空白溶液和标准系列溶液，以各元素浓度为横坐标，发射光谱强度为纵坐标绘制标准工作曲线，各元素线性相关系数都大于 0.999，满足测定要求。

##### 4.2.6.2 样品测定

在设定的仪器工作条件下对待测试液进行测定，同时做空白试验，所得试样溶液中各元素的浓度使用浓度直读方式读取。每分析完 8 个试样，要用标准校正溶液（任意一个）校正一次，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 5%，否则应重新建立标准曲线，直到校正标样的测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 5%后再重新分析试样溶液。如果试样溶液中元素的浓度超过校准曲线的线性范围，可进行适当的稀释后再测定。

注：如果仪器有自动扣除空白值功能，可以在测定样品之前将仪器设为自动扣除模式；如果仪器没有此功能，在完成样品测定之后，再手动扣除。

##### 4.2.7 方法准确度

为考察本方法的可靠性，使用选定的条件，测定样品中各元素含量，再在样品中加入标准的各元素浓度，测定其回收值，计算标准加入的回收率，各元素的回收率在 96~105%之间，满足测试要求。

本标准研究的物质是有机固体样品，使用电感耦合等离子体发射光谱仪分析有机样品，样品的前处理有多种方法，有机固体样品的制备一般采用干灰化法和湿消解法。干灰化法能分解大多数有机物质，但对于含硫酸盐和磷酸盐的样品，高温灰化后灰分会粘连坩埚器壁，或者与坩埚表面发生反应。ABS 辅助抗氧剂中一般含有大量的硫酸盐和磷酸盐。灰化产物中经常会有一些不溶物的残渣，可能是形成了不溶的氧化物，或者是与其它的试样组分相结合的产物。因此，ABS 抗氧剂不适合用干灰化法制备，需采用湿消解法制备。湿消解法一般分为常压消解、高压消解和微波消解，本实验选择两个有代表性的样品分别采用常压消解、高压消解和微波消解的方法制备成液体，电感耦合等离子体发射光谱法测定，并做加标回收实验，测定回收值，计算回收率，三种方法测定 ABS 抗氧剂中各元素的回收率都在 95%~105%之间，都满足测定要求，说明本方法准确可靠。

##### 4.2.8 方法精密度

按照 GB/T 6379.2-2004《测定方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》给出的规则对标准进行精密度试验。本标准共选择 6 个实验室（编号 A-F），15 个样品（编号 1-15）进行测定，每个样品测定 2 次，参照 GB/T 6379.2 确定方法的精密度。

## 5 本标准的技术水平评价

目前，关于 ABS 抗氧剂中微量元素的测定均没有明确的相应国际、国内和行业标准。制定本标准，将规范实验室测定 ABS 抗氧剂中微量元素含量的方法，为该物质的测定提供可靠有效的测试技术。为 ABS 抗氧剂开发和生产提供技术服务支持，为优化工艺操作提供依据和参考，为科研课题工业应用提供

技术支持，同时为提升ABS抗氧剂的国际市场竞争力，提供有力的技术支持，产品性能指标符合国际标准。

## 6 本标准的效果评价

近年来，随着电子电器汽车器具及轻工产品等的高性能化，对ABS的性能提出了新的要求。为了满足用户的要求，方便用户开拓新的应用领域，需要研制和开发各种高性能多功能的ABS专用树脂和专用料，抗氧剂工业正向专用化、多功能化、高分子量化、复合化、环境无害化等方向发展，以适应市场迅猛发展的需求。该标准的建立，对于开发出性能好、成本低、低碳环保的新型ABS抗氧剂技术起到了技术保障的作用，对未来的新生产应用和产品推广提供可靠的技术支撑。有助于建设推动我国高质量发展的标准体系，具有一定的经济效益。

## 7 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

至标准编制之日，尚未发现与计划编制标准相冲突的现行法律、法规和强制性国家标准。

## 8 重大分歧意见的处理经过和依据

待征求。

## 9 标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

根据 2020 年中国石油和化学工业联合会团体标准立项审查的要求，本标准作为推荐性标准。

## 10 贯彻行业标准的要求和措施建议

无。

## 11 废止现行有关标准的建议

无。

## 12 其他应予说明的事项

无。