



中华人民共和国国家标准

GB/T 36793—2018

橡塑材料中增塑剂含量的测定 气相色谱质谱联用法

Determination of plasticizers in rubber-plastics—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 原理	1
3 试剂和材料	1
4 仪器和设备	2
5 分析步骤	2
5.1 试样制备	2
5.2 提取	2
5.3 空白试验	2
5.4 测定	3
6 结果计算	3
7 检测低限、回收率和精密度	4
7.1 检测低限	4
7.2 回收率	4
7.3 精密度	4
8 测试报告	4
附录 A (资料性附录) 18 种邻苯二甲酸酯增塑剂信息	5
附录 B (资料性附录) 邻苯二甲酸酯化合物定量和定性选择离子表	6
附录 C (资料性附录) 典型的邻苯二甲酸酯化合物标样总离子流色谱图和定量选择离子色谱图 ...	7

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通用方法和产品分技术委员会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本标准起草单位:福建省产品质量检验研究院、中蓝晨光成都检测技术有限公司、国家塑料制品质量监督检验中心(福州)、中华人民共和国青岛出入境检验检疫局、青岛科标检测研究院有限公司。

本标准主要起草人:何芄、张欣涛、高建国、黄永辉、王永桂、魏琳琳、林昭亮、孙卓军、罗晓霞、刘力荣、鲁汇智、宋晓云。

橡塑材料中增塑剂含量的测定

气相色谱质谱联用法

1 范围

本标准规定了橡塑(橡胶和塑料)材料中邻苯二甲酸酯增塑剂(共 18 种,参见附录 A)气相色谱质谱联用的测定方法。

本标准适用于橡胶和塑料材料中邻苯二甲酸酯增塑剂(共 18 种)的测定,其他邻苯二甲酸酯增塑剂的测定可参照使用。

2 原理

通过索式提取方式,对橡塑材料中的邻苯二甲酸酯增塑剂进行提取,并根据需要将提取液进一步富集、净化后,用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)测定,采用总离子流色谱图(TIC)和质谱图(MS)进行定性,选择离子检测(SIM)和外标法进行定量。

3 试剂和材料

警示——正己烷、乙醚、乙酸乙酯属于有毒试剂,使用时应在通风橱中进行。

除非另有说明,本方法所用试剂均为色谱纯(或分析纯再进行重蒸馏)。水为采用全玻璃装置进行重蒸馏的水,且储存于玻璃容器中。

3.1 正己烷。

3.2 乙醚。

3.3 乙酸乙酯。

3.4 载气:氦气(He),纯度 $\geq 99.999\%$ 。

3.5 邻苯二甲酸酯标准品:邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二丙酯(DPRP)、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP)、邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(BMPP)、邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)、邻苯二甲酸二戊酯(DPP)、邻苯二甲酸二己酯(DHXP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)、邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二苯酯(二苯酯)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP):纯度 $> 95.0\%$ 。邻苯二甲酸酯增塑剂信息参见附录 A。

3.6 标准储备溶液:分别准确称取适量的邻苯二甲酸酯标准品,于 50 mL 容量瓶中,用正己烷定容,配制成浓度为 1 mg/mL 单标储备液。

注:标准储备溶液宜在 0 °C~4 °C 冰箱中保存备用,有效期为 6 个月。

3.7 标准工作溶液:根据需要,采用逐级稀释的方法,用正己烷配制成适用浓度的标准工作溶液。

注:标准工作溶液宜在 0 °C~4 °C 冰箱中保存备用,有效期为 3 个月。

3.8 固相萃取柱(SPE):硅胶填料 1 g,柱管体积 6 mL,或相当者。净化前先用 5 mL 正己烷活化小柱,保持润湿。

3.9 有机微孔滤膜:孔径 0.22 μm 。