

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 29616—2013

GB/T 29616—2013

热塑性弹性体 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

Thermoplastic elastomer—Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons—
Gas chromatography-mass spectrometry

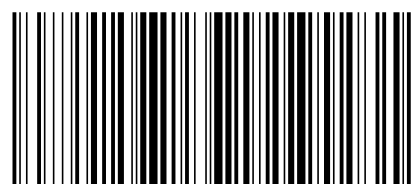
中华人民共和国
国家标准
热塑性弹性体 多环芳烃的测定
气相色谱-质谱法
GB/T 29616—2013

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2013年10月第一版 2013年10月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47516 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29616-2013

2013-07-19 发布

2013-12-01 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

附录 D
(资料性附录)
精密度结果使用指南

- D.1** 使用精密度结果的一般程序如下,用符号 $|\chi_1 - \chi_2|$ 表示任何两次测量值的正差。
- D.2** 在相应的精密度表中(无论所考虑的是什么试验参数),查得与所测参数的平均值接近的平均值,该平均值所对应的 r 、 (r) 、 R 或 (R) 可用于判定精密度。
- D.3** 下列一般重复性陈述和相应的 r 和 (r) 值可用于判定精密度。
- D.3.1** 绝对差:在正常和正确操作的试验程序下,用标牌相同材料的样品得到的两个试验平均值的差 $|\chi_1 - \chi_2|$,平均每 20 次中不得多于一次超过表列重复性 r 。
- D.3.2** 两个试验平均值间的百分数差:在正常和正确的试验程序下,用标牌相同材料的样品得到两个试验值间的百分数偏差 $[|\chi_1 - \chi_2| / (\chi_1 + \chi_2) / 2] \times 100$,平均每 20 次中不得多于一次超过表列重复性 (r) 。
- D.4** 下列一般再现性陈述和相应 R 和 (R) 值可用于判定精密度。
- D.4.1** 绝对差:在两个实验室用正常和正确操作的试验程序,用标牌相同材料的样品得到的两个独立测量的试验平均值间绝对差 $|\chi_1 - \chi_2|$,平均每 20 次中不得多于一次超过表列再现性 R 。
- D.4.2** 两个试验平均值间的百分数差:在两个实验室用正常和正确的试验程序,用标牌相同材料的样品得到两个独立测量的试验平均值的百分数偏差 $[|\chi_1 - \chi_2| / (\chi_1 + \chi_2) / 2] \times 100$,平均每 20 次中不得多于一次超过表列再现性 (R) 。

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。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准主要起草单位:浙江三博聚合物有限公司、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、嵊州市产品质量监督检验所。

本标准参加起草单位:宁波市石油化工行业协会。

本标准主要起草人:冯震、郑琳、吴小华、陈海婷、陈建国、周谢东、周赞斌、徐青。

表 C.1 (续)

化合物名称	添加水平/ μg	SEBS			TPO			TPU			SBS		
		平均值/ μg	r/μg	(r)/ %	平均值/ μg	r/μg	(r)/ %	平均值/ μg	r/μg	(r)/ %	平均值/ μg	r/μg	(r)/ %
菲	20	21.82	1.21	5.5	20.9	5.91	28.3	19.3	1.57	8.1	18.7	1.37	7.3
	2	2.11	0.41	19.4	2.3	0.23	10.3	2.1	0.15	7.1	2.2	0.20	9.0
蒽	20	20.08	1.16	5.8	18.7	2.65	14.2	18.6	1.02	5.5	18.1	0.64	3.6
	2	2.03	0.19	9.1	1.9	0.15	8.2	1.9	0.20	10.4	1.8	0.15	8.3
荧蒽	20	21.61	0.41	1.9	21.0	3.50	16.7	19.7	1.29	6.6	19.3	1.13	5.8
	2	2.34	0.06	2.8	2.1	0.15	7.5	2.1	0.13	5.9	2.0	0.15	7.8
芘	20	21.67	0.66	3.0	20.6	4.14	20.1	19.3	1.37	7.1	18.9	1.07	5.7
	2	2.26	0.06	2.6	2.0	0.15	7.4	2.0	0.13	6.2	1.9	0.20	10.4
苯并[a]蒽	20	23.07	3.54	15.3	22.9	4.87	21.3	21.5	2.06	9.6	20.9	1.47	7.0
	2	2.35	0.63	26.9	2.3	0.15	6.5	2.3	0.13	5.5	2.1	0.20	9.4
蒾	20	22.12	2.70	12.2	22.7	4.91	21.6	21.0	1.27	6.1	20.2	1.04	5.1
	2	2.28	0.51	22.3	2.3	0.23	10.3	2.3	0.23	10.3	2.1	0.15	7.5
苯并[b]荧蒽	20	19.98	1.42	7.1	19.4	3.09	15.9	19.3	1.72	8.9	21.2	2.11	9.9
	2	2.18	0.23	10.7	1.9	0.23	12.2	1.9	0.40	20.8	1.8	0.15	8.2
苯并[k]荧蒽	20	18.60	1.98	10.7	19.1	4.19	22.0	19.3	1.41	7.3	17.4	1.37	7.9
	2	2.16	0.28	13.1	2.1	0.40	18.9	2.0	0.58	29.6	2.2	0.32	14.3
苯并[a]芘	20	20.15	1.07	5.3	19.2	2.50	13.0	19.4	0.20	1.0	18.9	0.51	2.7
	2	2.20	0.06	2.6	2.0	0.13	6.2	1.9	0.46	24.0	2.0	0.00	0.0
茚并 [1,2,3-cd]芘	20	21.21	4.49	21.2	19.1	0.80	4.2	20.0	0.75	3.8	19.6	1.00	5.1
	2	2.03	0.48	23.6	2.0	0.31	15.2	2.0	0.38	18.4	2.1	0.15	7.4
二苯并 [a,h]蒽	20	21.52	4.84	22.5	19.3	0.78	4.0	20.0	0.72	3.6	19.8	1.08	5.5
	2	2.05	0.57	27.9	2.0	0.37	18.1	2.1	0.46	22.1	2.1	0.13	5.9
苯并[g,h,i] 芘(二萘 嵌苯)	20	21.29	4.47	21.0	19.1	0.80	4.2	20.0	0.89	4.4	19.4	1.03	5.3
	2	2.02	0.51	25.3	2.0	0.28	14.0	2.0	0.52	26.2	2.1	0.15	7.5

注：萘具有特殊性，基于萘与其他 15 种多环芳烃相比，具有相对较强的挥发性，它在与皮肤接触类产品中是一种难以评估的物质。萘的测试结果往往只反映测试样品在测定时的一个短暂的状态。可以找到测试机构在测试过程中萘的损失及二次污染的经验。

热塑性弹性体 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

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-质谱联用仪(GC/MS)测定热塑性弹性体及其制品中多环芳烃的方法。

本标准适用于热塑性弹性体及其制品中多环芳烃的测定，各多环芳烃的检出限为 0.2 mg/kg。

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定

3 原理

用甲苯作为萃取剂经超声提取、净化、浓缩或稀释定容后采用气相色谱-质谱联用仪进行分析，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析中仅使用分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1 甲苯：色谱纯。

4.2 环己烷：色谱纯。

4.3 二甲亚砜：用环己烷(4.2)饱和。

4.4 氯化钠。

4.5 4%的氯化钠溶液：4 g 氯化钠(4.4)溶于 100 mL 水中。

4.6 内标物 1：萘-d8 (naphthalene-d8)，纯度≥99%。

4.7 内标物 2：芘-d10 (pyrene-d10)或蒽-d10 (anthracene-d10)或非-d10(phenanthrene-d10)，纯度≥99%。

4.8 内标物 3：苯并[a]芘-d12 [benzo(a)pyrene-d12]或二萘嵌苯-d12(perylene-d12)或三苯基苯(triphenylbenzene)，纯度≥99%。

4.9 16 种多环芳烃标准品：纯度≥96%，参见附录 A，或含 16 种多环芳烃的有证混合标准溶液。

4.10 内标工作溶液(20 μg/mL)：分别称取适量内标物 1(4.6)、内标物 2(4.7)、内标物 3(4.8)，用甲苯(4.1)溶解并稀释，配制成三种内标物浓度均为 20 μg/mL 的内标工作溶液。