

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3913—2014

聚对苯二甲酸乙二酯树脂及其成型品中
残留对苯二甲酸和乙二醇的测定
气相色谱-质谱法

Determination of terephthalic acid and ethylene glycol in polyethylene terephthalate ester (PET) and polyethylene terephthalate products—
Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) method

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国江阴出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李锡东、丁华、周秋红。

聚对苯二甲酸乙二酯树脂及其成型品中 残留对苯二甲酸和乙二醇的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了气相色谱-质谱法测定聚对苯二甲酸乙二酯树脂及其成型品中残留对苯二甲酸和乙二醇的方法。

本标准适用于聚对苯二甲酸乙二酯树脂及其成型品中残留对苯二甲酸和乙二醇的测定。对苯二甲酸检测范围为 10 mg/kg~2 500 mg/kg,乙二醇检测范围 50 mg/kg~5 000 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 14189 纤维级聚酯切片(PET)
- GB/T 14190 纤维级聚酯切片(PET)试验方法
- GB 17931 瓶用聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)树脂

3 对苯二甲酸的测定

3.1 方法提要

样品以乙醇+水为溶剂,加入四甲基氢氧化铵,经超声提取,提取液过滤膜,浓缩后用 N,N-二甲基甲酰胺洗涤转移至容量瓶中,加入碘乙烷,再用 N,N-二甲基甲酰胺定容。以辛二酸为内标,采用气相色谱-质谱仪进行定量测定。

3.2 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水或同等纯度的水。

- 3.2.1 无水乙醇。
- 3.2.2 乙醇+水(1+1):量取 100 mL 乙醇(3.2.1)与 100 mL 水混合。
- 3.2.3 对苯二甲酸:已知含量,纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 3.2.4 辛二酸:纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 3.2.5 碘乙烷:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 3.2.6 四甲基氢氧化铵:25%。
- 3.2.7 N,N-二甲基甲酰胺。
- 3.2.8 对苯二甲酸标准储备液:准确称取 0.2 g 对苯二甲酸(3.2.3)(精确至 0.000 1 g)于 500 mL 的容量瓶中,加入 25%的四甲基氢氧化铵(3.2.6)5 mL,用乙醇+水(3.2.2)稀释至刻度。再从中吸取 25 mL