

ICS 87.040
G 50



中华人民共和国国家标准

GB/T 30646—2014

GB/T 30646—2014

涂料中邻苯二甲酸酯含量的测定 气相色谱/质谱联用法

Determination of phthalate plasticizers content in coatings—
Gas chromatography/mass spectrometry method

中华人民共和国
国家标准
涂料中邻苯二甲酸酯含量的测定
气相色谱/质谱联用法
GB/T 30646—2014

*

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(100029)
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

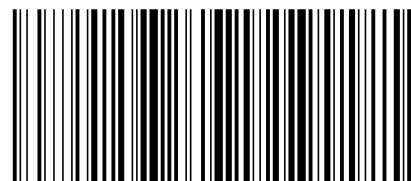
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2015年1月第一版 2015年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50840 定价 16.00 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 30646-2014

2014-12-31 发布

2015-07-01 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

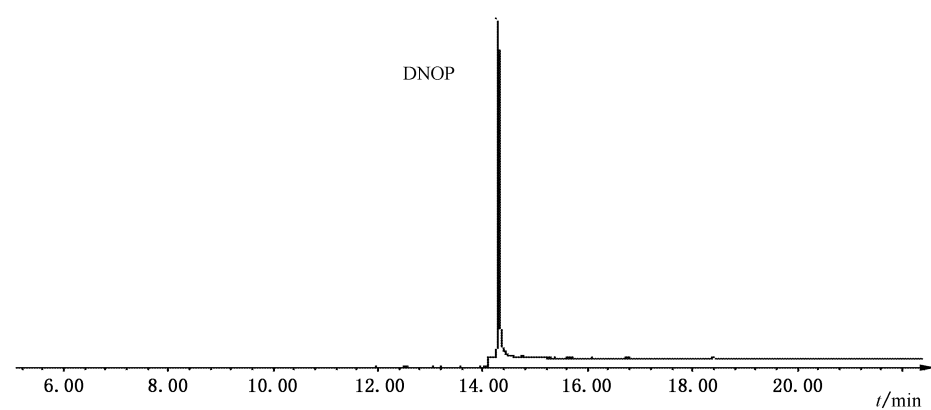


图 A.3 DNOP 的 GC/MS 选择离子色谱图(SIM)

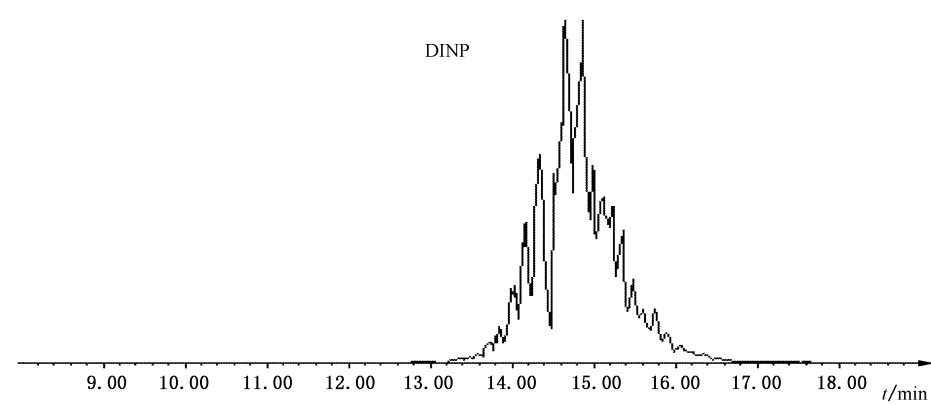


图 A.4 DINP 的 GC/MS 选择离子色谱图(SIM)

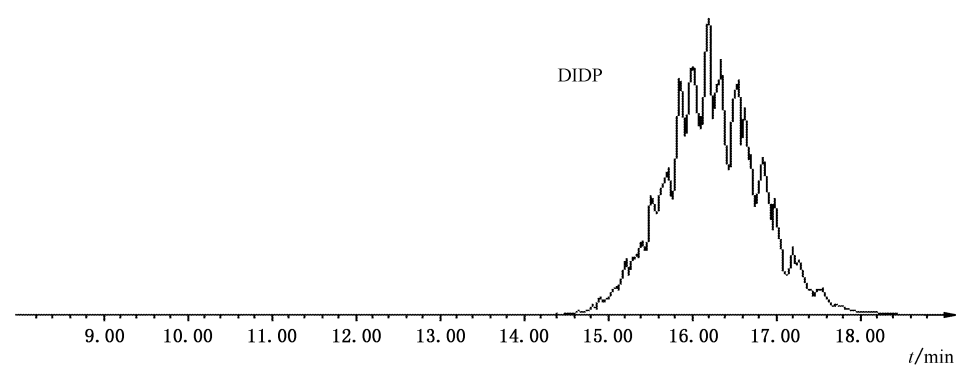


图 A.5 DIDP 的 GC/MS 选择离子色谱图(SIM)

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。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)归口。

本标准起草单位:中海油常州涂料化工研究院有限公司、黑龙江省质量监督检测研究院、广州合成材料研究院有限公司、海洋化工研究院有限公司、深圳广田装饰集团股份有限公司、展辰涂料集团股份有限公司。

本标准主要起草人:季军宏、孙长华、覃红阳、尹继凯、郭晓燕、杨奇、孙立德。

7.7 结果计算

直接从标准工作曲线上读取待测试验溶液中每种邻苯二甲酸酯的浓度。

试样中每种邻苯二甲酸酯的含量按式(1)计算:

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V \times F}{m \times 10\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ω_i ——试样中邻苯二甲酸酯 i 的含量,以质量分数(%)表示;

ρ_i ——从标准工作曲线上读取的邻苯二甲酸酯 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试验溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

F ——试验溶液的稀释因子;

m ——试样的质量,单位为克(g);

10 000 ——转换因子。

7.8 测试方法检出限

DBP、BBP、DEHP、DNOP:0.001%;DINP、DIDP:0.005%。

8 精密度

8.1 重复性

同一操作者二次测试结果的相对偏差小于 10%。

8.2 再现性

不同实验室间测试结果的相对偏差小于 20%。

涂料中邻苯二甲酸酯含量的测定 气相色谱/质谱联用法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱/质谱联用法测定涂料中邻苯二甲酸酯的含量。

本标准适用于涂料及涂料用原材料中各种邻苯二甲酸酯含量的测定。包括但不限于列举的邻苯二甲酸酯,如邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二异辛酯(DEHP)、邻苯二甲酸二辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)等,其他类型的邻苯二甲酸酯也可参照本方法执行。

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 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

3 原理

用丁酮溶剂对试样中的邻苯二甲酸酯进行超声波提取。对提取液定容后,用气相色谱/质谱联用仪(GC/MS)测定。采用全扫描的总离子流色谱图(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。

4 试剂和材料

4.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.2 稀释溶剂:丁酮,纯度 $\geq 98\%$ (质量分数)或已知纯度。

4.3 校准化合物:邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二异辛酯(DEHP)、邻苯二甲酸二辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP),纯度 $\geq 98\%$ (质量分数)或已知纯度。

4.4 标准储备溶液:分别准确称取适量的邻苯二甲酸酯校准化合物(4.3),用丁酮(4.2)配制成浓度为 5 000 mg/L 的标准储备溶液。

4.5 混合标准工作溶液:采用逐级稀释的方法,用丁酮(4.2)稀释标准储备溶液(4.4)成适用浓度的混合标准工作溶液。

注:标准溶液在 4℃ 以下避光保存,标准储备溶液有效期为 6 个月,标准工作溶液有效期为 3 个月。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱/质谱联用仪。

5.2 进样器:容量至少应为进样量的二倍。