



中华人民共和国国家标准

GB/T 25277—2010

GB/T 25277—2010

塑料 均聚聚丙烯(PP-H)中酚类抗氧化剂 和芥酸酰胺爽滑剂的测定 液相色谱法

Plastics—Determination of phenolic antioxidants and erucamide slip additives
in polypropylene homopolymer formulations—Liquid chromatography(LC)

中华人民共和国
国家标准
塑料 均聚聚丙烯(PP-H)中酚类抗氧化剂
和芥酸酰胺爽滑剂的测定 液相色谱法
GB/T 25277—2010

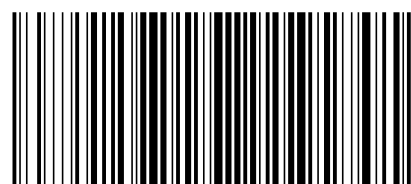
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
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 19 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*
书号:155066·1-40806 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)68533533



GB/T 25277-2010

2010-09-26 发布

2011-08-01 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 C
(资料性附录)

ASTM D6042—2004 的精密度

表 C.1 给出了 ASTM D6042—2004 的精密度。

表 C.1 超声波或回流萃取聚丙烯中的添加剂含量的精密度 单位为 mg/kg

材料	目标值	平均值	S_r^a	S_R^b	r^c	R^d
维生素 E	1 000	1 110	64.2	64.2	180	180
芥酸酰胺	1 000	1 040	50.7	40.5	142	113
抗氧化剂 168	1 000	1 060	94.9	94.9	266	266
抗氧化剂 1010	1 000	891	24.8	173	69.5	483
抗氧化剂 1076	1 000	1 110	42.5	127	119	355
抗氧化剂 3114	1 000	1 150	39	103	109	288

注：完成了回流萃取研究的实验室是 8 个。

^a S_r 表示指明材料的实验室内测试结果标准偏差,其值是加和所有参加试验的实验室的实验室内测试结果标准偏差获得的。 $S_r = [(S_1)^2 + (S_2)^2 + \dots + (S_n)^2]^{1/2}$ 。

^b S_R 表示实验室间的重现性,结果用标准偏差表示。 $S_R = (S_{tr}^2 + S_L^2)^{1/2}$ 。

^c r 表示重复性限,是指在重复性条件下,两次测试结果的绝对差不超过此数的概率为 95%。 $r = 2.8 \times S_r$ 。

^d R 表示再现性限,是指在再现性条件下,两次测试结果的绝对差不超过此数的概率为 95%。 $R = 2.8 \times S_R$ 。

前 言

本标准修改采用美国材料与试验协会标准 ASTM D6042—2004《液相色谱测定均聚丙烯中酚类抗氧化剂和芥酸酰胺爽滑剂的试验方法》(英文版)。

本标准根据 ASTM D6042—2004 重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ASTM D6042—2004 章条编号的对照一览表。在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——增加了国家标准的前言;

——修改了“规范性引用文件”。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会(SAC/TC 15/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司树脂应用研究所。

本标准参加起草单位:北京加成助剂研究所。

本标准主要起草人:邓郑祥、孙书适、李景清、王晓丽、杨春梅、吴彦瑾、杨黎黎、王灵肖。

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应的 ASTM D6042—2004 章条编号
7.2.4	11.5,11.6,11.7
7.3	12
7.4	13
8	14
9	16
10	15
附录 A	无
附录 B	无
附录 C	表 1

塑料 均聚聚丙烯(PP-H)中酚类抗氧化剂和芥酸酰胺爽滑剂的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了用液相色谱法测定均聚聚丙烯(PP-H)中一些常用添加剂。这些添加剂用二氯甲烷/环己烷混合溶剂回流萃取后,用液相色谱分离,在 200 nm 波长下测定其紫外吸收,用内标法定量。

本标准适用于均聚聚丙烯中芥酸酰胺爽滑剂和酚类抗氧化剂: α -生育酚或 3,4-二氢-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三基)-2H-1-苯并呋喃-6-酚乙酸酯(以下简称维生素 E)、三(2,4-二叔丁基)亚磷酸酯(以下简称抗氧化剂 168)、三(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)异氰尿酸酯(以下简称抗氧化剂 3114)、四[(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(以下简称抗氧化剂 1010)和(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八碳醇酯(以下简称抗氧化剂 1076)含量的测定。本标准也可用于其他抗氧化剂的检测,如抗氧化剂 Ultrinox 626,抗氧化剂 Ethanox 330,抗氧化剂 Santanox R 和抗氧化剂 BHT,但对于这些抗氧化剂的适用性未做研究。

在最佳检测条件下,酚类抗氧化剂的检测限可达到 2 mg/kg。

注:能有效地将添加剂从塑料中萃取出来的其他方法包括薄膜萃取法、微波萃取法、超声波萃取法和超临界流体萃取法。其他分离添加剂的有效方法包括超临界流体色谱法(SFC)和毛细管气相色谱法(GC)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 12806—1991 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(eqv ISO 648:1977)

3 方法提要

聚合物的使用性能和其组成相关,测定聚丙烯中的添加剂是必要的。由于 PP-H 不溶于液相色谱常使用的溶剂,其中的添加剂能被溶剂有效萃取出来。将样品研磨成 850 μm (20 目)~425 μm (40 目)大小的颗粒,用二氯甲烷/环己烷(体积比为 75/25)混合溶剂回流萃取。萃取液使用反相液相色谱进行分离检测,紫外检测器 200 nm 检测波长,内标法定量。

4 注意事项

4.1 洗脱时间与被测定的添加剂的保留时间相同或相近的任何物质,都会导致错误的结果。溶剂不纯是影响因素的主要来源,应在使用前按 7.1 的条件在高效液相色谱(HPLC)系统中检验溶剂萃取所用溶剂是否含被检测物质,将影响减到最小。

4.2 抗氧化剂 168 的氧化产物有时会与保留时间处于抗氧化剂 1010 和抗氧化剂 168 之间组分产生色谱峰的重叠,此情况下,测试已知的标准物质,确保欲分析的组分不与抗氧化剂 168 的氧化产物发生共流出。

4.3 抗氧化剂 168 是一种亚磷酸酯抗氧化剂,亚磷酸酯既能发生氧化反应又能发生水解反应。由于抗氧化剂