

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 24153—2009

橡胶及弹性体材料 N-亚硝基胺的测定

Rubber and elastomer materials—Determination of N-nitrosamines

2009-06-15 发布

2010-02-01 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

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准起草单位:福建莆田出入境检验检疫局、沈阳橡胶研究设计院、福建泉州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:童玉贵、程群、林碧芬、李亦军、刘惠春、林中。

橡胶及弹性体材料 N-亚硝基胺的测定

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-质量选择检测器(GC-MSD)测定橡胶及弹性体材料中 12 种 N-亚硝基胺(见附录 A)含量的方法。

本标准适用于橡胶、弹性体材料及其制品。

2 原理

试样用甲醇超声波提取,提取液浓缩后过 C₁₈ 固相萃取小柱净化,样液进气相色谱-质量选择检测器(GC-MSD)进行测定,采用全扫描检测进行定性,选择离子进行外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为色谱纯。

3.1 甲醇,经空白试验检查无干扰物质存在。

3.2 C₁₈ 固相萃取小柱:500 mg/3 mL。

3.3 标准储备液:分别准确称取适量的每种 N-亚硝基胺标准品,用甲醇分别配制成浓度为 200 mg/L 的标准储备液,装于棕色试剂瓶中,在低于 5 °C 冰箱中保存,有效期 3 个月。

注: N-亚硝基胺类物质易被紫外线分解,萃取液或标准溶液宜避免暴露于日光或荧光灯等光源下。样品或标准溶液宜用铝箔包裹或用棕色瓶贮存于温度低于 5 °C 的暗处。

3.4 标准工作溶液:根据需要取适量体积的标准储备液(3.3)进行混合,再用甲醇稀释成适用浓度的标准工作溶液,装于棕色试剂瓶中,现配现用。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。

4.2 超声波发生器:工作频率 40 kHz。

4.3 旋转蒸发仪:配有真空表(可显示真空度至 10 kPa)。

4.4 固相萃取装置:配有真空泵。

4.5 旋涡混匀器。

4.6 锥形瓶:棕色,具磨口塞,100 mL。

4.7 浓缩瓶:棕色,150 mL。

4.8 离心管:棕色,10 mL。

5 分析步骤

5.1 试样制备及提取

取有代表性的试样,用适当工具碎至边长为 3 mm 以下的颗粒,混匀。从以上混匀后的试样中称取 5.0 g(精确至 0.01 g)试料,置于锥形瓶(4.6)中,加入 30 mL 甲醇(3.1),于超声波发生器(4.2)中超声提取 30 min。提取液移入浓缩瓶(4.7)中,再往锥形瓶中加入 20 mL 甲醇,重复提取一次,合并提取液。浓缩瓶置于旋转蒸发仪(4.3)上,控制真空度在 21.3 kPa~16.3 kPa,于 35 °C 水浴中缓慢浓缩至稍少于