



中华人民共和国国家标准

GB/T 20500—2006

聚氯乙烯膜中己二酸二(2-乙基)己酯与 己二酸二正辛酯含量的测定

Method for the determination of di(2-ethylhexyl)adipate and
di-n-octyl adipate in polyvinyl chloride film



2006-09-14 发布

2007-01-01 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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
聚氯乙烯膜中己二酸二(2-乙基)己酯与
己二酸二正辛酯含量的测定
GB/T 20500—2006

*

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

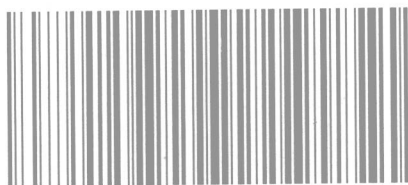
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2006 年 12 月第一版 2006 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-28550 定价 10.00 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 20500—2006

前 言

本标准由中华人民共和国国家标准化管理委员会提出并归口。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：陈会明、孙利、唐英章、陈志锋、储晓刚、代汉慧、雍炜、李晓娟、陈冬东。

本标准首次发布。

聚氯乙烯膜中己二酸二(2-乙基)己酯与 己二酸二正辛酯含量的测定

1 范围

本标准规定了聚氯乙烯(PVC)膜中己二酸二(2-乙基)己酯[di(2-ethylhexyl) adipate, DEHA]与己二酸二正辛酯(di-n-octyl adipate, DOA)的测定方法。

本标准适用于聚氯乙烯(PVC)膜中己二酸二(2-乙基)己酯[di(2-ethylhexyl) adipate, DEHA]与己二酸二正辛酯(di-n-octyl adipate, DOA)含量的测定。

2 原理

用四氢呋喃溶解 PVC 膜,加入甲醇沉淀其中的聚合物,过滤后,DEHA 和 DOA 留在滤液中,采用气相色谱/氢火焰离子化检测器检测,外标法定量,气相色谱/质谱确证。

3 试剂与材料

3.1 四氢呋喃:分析纯。

3.2 甲醇:分析纯。

3.3 正己烷:色谱纯。

3.4 标准品:DEHA 标准品(纯度 $\geq 99\%$)和 DOA 标准品(纯度 $\geq 99\%$)。

3.5 标准储备液:准确称取 DEHA 标准品 50.0 mg,用正己烷溶解后转移到 50 mL 容量瓶中,正己烷定容,振荡均匀,即得 DEHA 浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液;准确称取 DOA 标准品 50.0 mg,用正己烷溶解后转移到 50 mL 容量瓶中,正己烷定容,振荡均匀,即得 DOA 浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。标准储备液储存在冰箱中保存备用。

3.6 实验用气体:氮气、氢气、氦气,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 气相色谱质谱仪。

4.3 分析天平(精度为 0.1 mg)。

4.4 超声波清洗器。

4.5 氮吹仪。

4.6 定量滤纸。

4.7 玻璃漏斗。

4.8 容量瓶:10 mL、50 mL。

4.9 玻璃移液管:1 mL、2 mL、5 mL。

4.10 试管:50 mL。

实验所用的玻璃器皿,都经过丙酮淋洗,通风晾干后待用。

5 分析步骤

5.1 取样方法

每批试样随机抽取 10 捆,每捆剪取 50 cm $\times$ 50 cm 一张,共 10 张,注明产品名称、批号和取样日期。

其中半数供检测用,另一半数保存两个月,以备仲裁分析用。

5.2 样品前处理

取清洁 PVC 膜,用剪刀裁成 $0.5\text{ cm}\times 0.5\text{ cm}$ 样片,混合均匀。准确称取 0.100 g 样片于 50 mL 试管中,加入 5 mL 四氢呋喃,超声 30 min ,待样品全部溶解后,缓慢加入 25 mL 甲醇,沉淀聚氯乙烯高聚物,滤纸过滤后分别用 5 mL 甲醇冲洗沉淀三次,合并滤液于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容并混合均匀,取 $100\text{ }\mu\text{L}$ 滤液室温下氮气吹干,用正己烷定容至 1 mL ,待测。

5.3 测定

5.3.1 GC/FID 条件

5.3.1.1 色谱柱:DB-1 毛细管柱 [$30\text{ m}\times 0.32\text{ mm}$ (内径) $\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$, 100% 聚二甲基硅氧烷]或相当者。

5.3.1.2 柱温程序:初始温度为 100°C ,然后以 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 280°C ,保持 5 min 。

5.3.1.3 进样口温度: 280°C 。

5.3.1.4 检测器温度: 300°C 。

5.3.1.5 载气:氮气 $1.5\text{ mL}/\text{min}$ 。

5.3.1.6 进样方式,不分流方式。

5.3.1.7 进样量: $1\text{ }\mu\text{L}$ 。

5.3.2 标准工作曲线

准确吸取 10 mL DEHA 和 DOA 标准储备液(3.5)于 50 mL 容量瓶中,用正己烷定容,充分摇匀,即得 $200\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准工作溶液;将上一级标准工作液逐级稀释,得到浓度分别为 $1\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $5\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $10\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $25\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $50\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $100\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准工作溶液,供气相色谱分析测定。以标准工作溶液浓度为纵坐标,色谱峰面积为横坐标,绘制标准工作曲线。样品待测液中 DEHA 和 DOA 的响应值应在线性范围内。

5.3.3 样品测定

取样品待测液 $1\text{ }\mu\text{L}$,注入气相色谱仪中,以保留时间定性,外标法定量。

5.3.4 空白实验

不加试样,完全按照 5.2 进行处理,按照 5.3.1 仪器条件进行测定。

5.4 确证

5.4.1 GC/MS 条件

5.4.1.1 色谱柱:DB-1MS 柱 [$30\text{ m}\times 0.25\text{ mm}$ (内径) $\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$, 100% 聚二甲基硅氧烷]或相当者。

5.4.1.2 柱温程序:初始温度为 100°C ,然后以 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 280°C ,保持 5 min 。

5.4.1.3 进样口温度: 280°C 。

5.4.1.4 色谱/质谱接口温度: 280°C 。

5.4.1.5 载气:氮气 $1.0\text{ mL}/\text{min}$ 。

5.4.1.6 电离方式:EI。

5.4.1.7 电离能量: 70 eV 。

5.4.1.8 监测方式:总离子流(TIC)方式。

5.4.1.9 DEHA 和 DOA 的监测离子范围: $40\sim 400\text{ (m/z)}$,DEHA 的特征离子(相对丰度)为 $129(100)$ 、 $57(37)$ 、 $112(31)$ 、 $147(22)$,相对丰度允许变化范围小于 $\pm 15\%$;DOA 的特征离子(相对丰度)为 $129(100)$ 、 $241(42)$ 、 $55(39)$ 、 $111(27)$,相对丰度允许变化范围小于 $\pm 15\%$ 。

5.4.1.10 进样方式:不分流方式,溶剂延迟 5 min 。

5.4.1.11 进样量: $1\text{ }\mu\text{L}$ 。

5.4.2 阳性结果判断

在 5.3.1 仪器条件下,样品待测液色谱峰保留时间与标准样品一致(小于 $\pm 0.5\%$),并且在 5.4.1

仪器条件下,样品待测液和标准品的 TIC 图在相同保留时间处仍有色谱峰出现,而且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致,其特征离子丰度比变化范围小于±15%时,判断为阳性结果。

6 结果计算

结合色谱工作站,采用式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m \times 10^6} \times 100\%$$

.....(1)

式中:

- X——试样中 DEHA 或 DOA 百分含量,%;
 - c——从工作曲线上查得样液中 DEHA 或 DOA 含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
 - V——样品最终稀释后的总体积,单位为毫升(mL);
 - m——所称样品的质量,单位为克(g)。
- 计算结果应扣除空白值;计算结果保留三位有效数字。

7 精密度

PVC 膜中 DEHA 和 DOA 的含量在 20%以内时,其相对标准偏差为 1.2%~4.9%。

8 检测限

本方法对 PVC 膜中 DEHA 和 DOA 的检测限为 0.05%(S/N=3)。

附录 A
(资料性附录)
标准物质气相色谱图

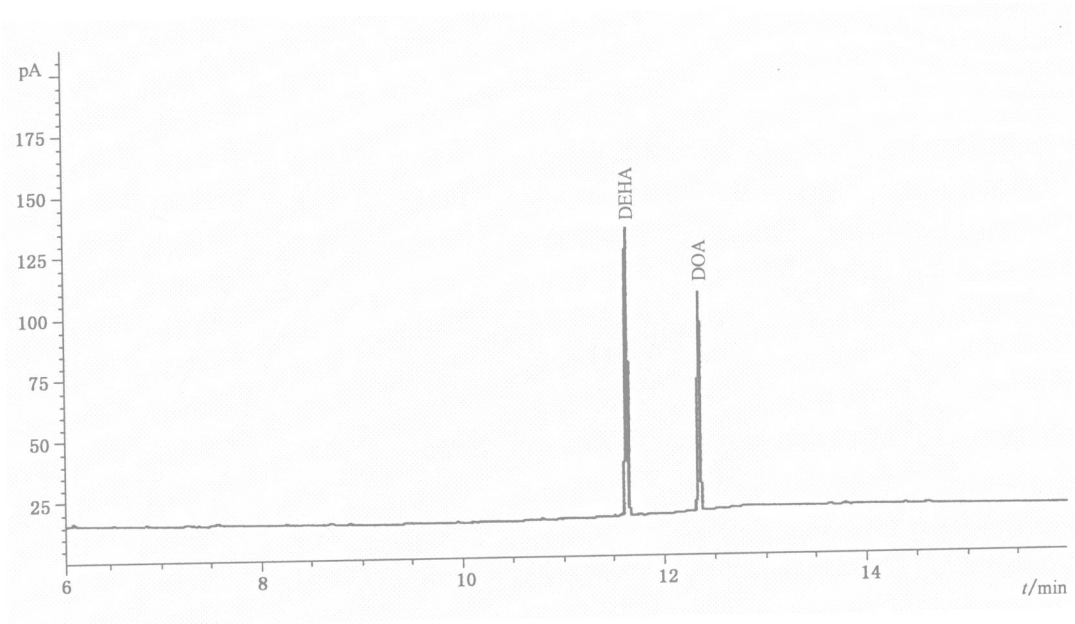


图 A.1 DEHA 和 DOA 标准物质气相色谱图(GC/FID)

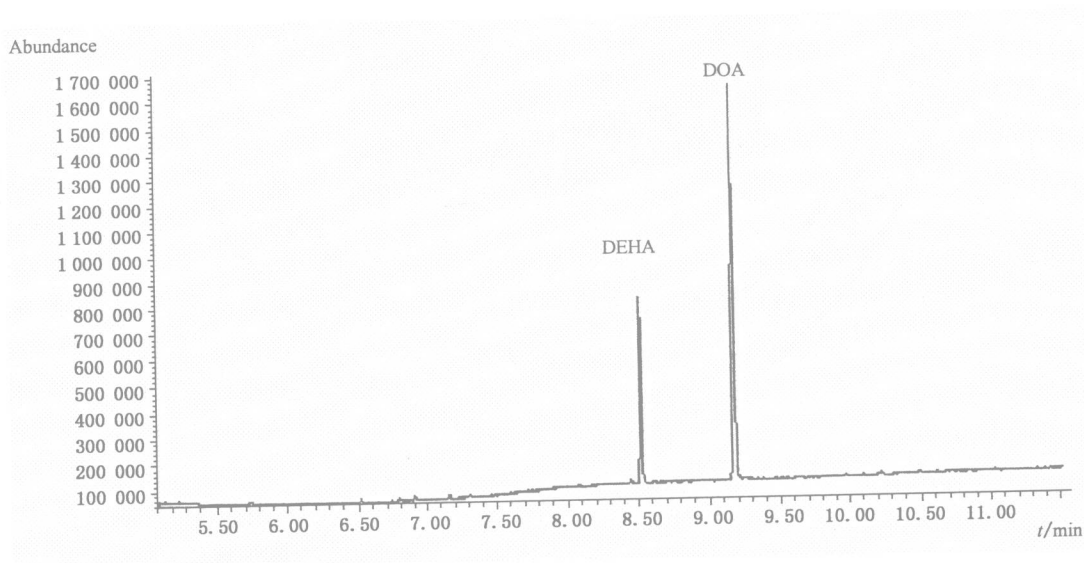


图 A.2 DEHA 和 DOA 标准物质气相色谱/质谱总离子流图(TIC)

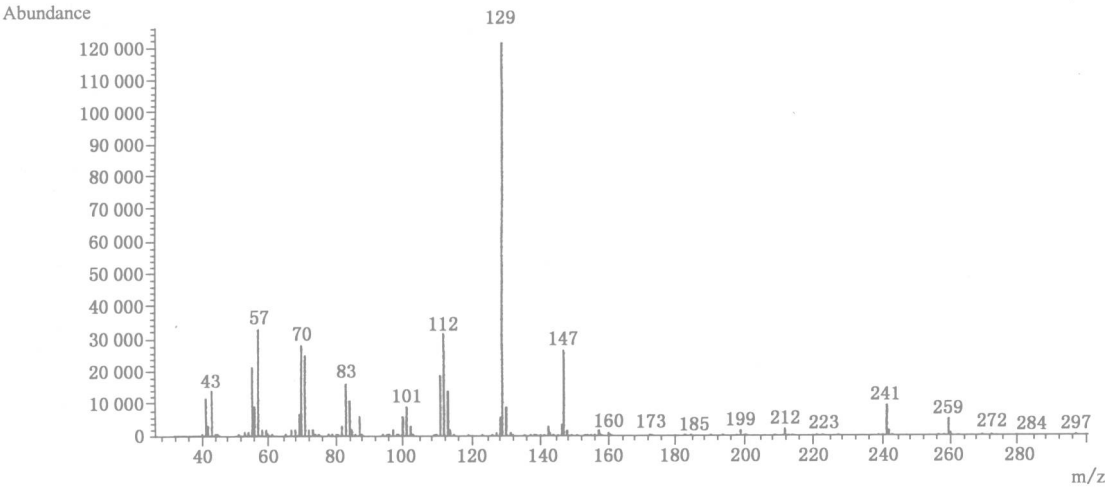


图 A.3 DEHA 标准物质质谱图

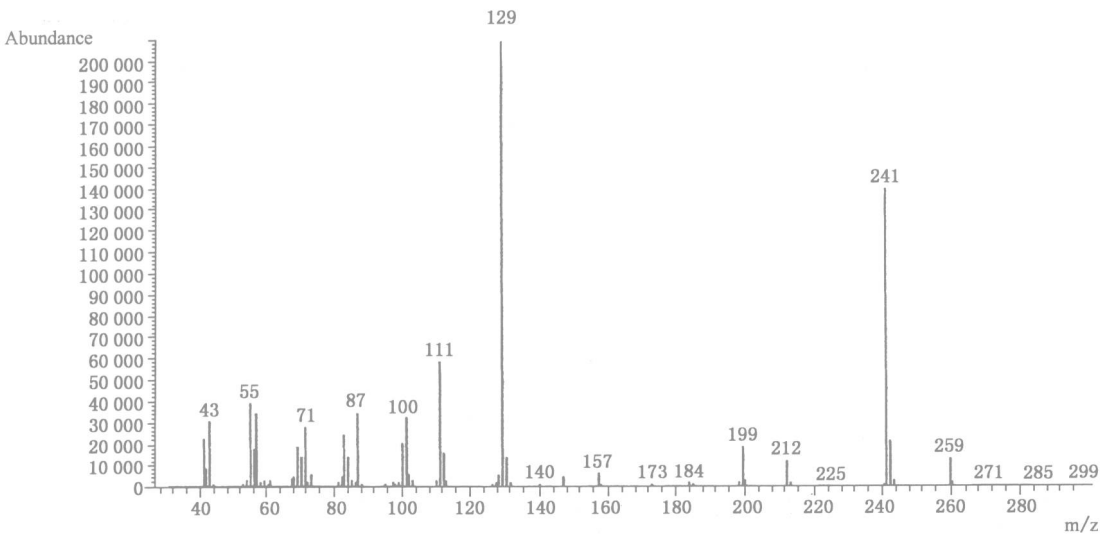


图 A.4 DOA 标准物质质谱图