



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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:氦气,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。