

ICS 59.080.01
W 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20388—2006

纺织品 邻苯二甲酸酯的测定

Textiles—Determination of the content of phthalates

2006-05-25 发布

2006-12-01 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 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础分会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位:中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:王明泰、靳颖、牟峻、吴剑、吕洪生。

纺织品 邻苯二甲酸酯的测定

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)测定纺织品中 13 种邻苯二甲酸酯类增塑剂(见附录 A)含量的方法。

本标准适用于含聚氯乙烯(PVC)材料的纺织产品。

2 原理

试样经三氯甲烷超声波提取,提取液定容后,用气相色谱-质量选择检测器(GC-MSD)测定,采用选择离子检测进行确证,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂应均为分析纯。

3.1 三氯甲烷。

3.2 邻苯二甲酸酯类增塑剂标准品:纯度 $\geq 98\%$,见附录 A。

3.3 标准储备溶液:分别准确称取适量的每种邻苯二甲酸酯标准品,用三氯甲烷分别配制成浓度为 10 mg/mL 的标准储备液。

3.4 混合标准工作溶液:根据需要再用三氯甲烷稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。

注:标准储备溶液在 0℃~4℃冰箱中保存有效期 12 个月,工作溶液在 0℃~4℃冰箱中保存有效期 6 个月。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪: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 锥形瓶:具磨口塞,100 mL。

5 分析步骤

5.1 提取

取代表性样品,将其剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀。称取 1.0 g(精确至 0.01 g)试样,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 30 mL 三氯甲烷,于超声波发生器中提取 20 min。将提取液过滤于 50 mL 容量瓶中。残渣再用 20 mL 三氯甲烷超声提取 5 min,合并滤液,用三氯甲烷定容至 50 mL,供气相色谱-质谱测定和确证。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数证明是可行的。

a) 色谱柱:DB-5 MS 30 m×0.25 mm×0.1 μm,或相当者;

b) 色谱柱温度:100℃(1 min) $\xrightarrow{30\text{℃/min}}$ 180℃(1 min) $\xrightarrow{15\text{℃/min}}$ 300℃(10 min);