



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1802—2014
代替 SN/T 1802—2006

室内涂料中乙二醇醚及其酯类的测定 气相色谱法

Determination of ethyleneglycol monoalkyl ethers and esters in indoor
coatings—Gas chromatography

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
室内涂料中乙二醇醚及其酯类的测定
气相色谱法

SN/T 1802—2014

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 300

*

书号: 155066 • 2-28192 定价 16.00 元

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 1802—2006《室内涂料中乙二醇醚的测定 气相色谱法》，与 SN/T 1802—2006 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 将中文标题“乙二醇醚”改为“乙二醇醚及其酯类”，将标题英文“ethyleneglycol monoalkyl ethers”改为“ethyleneglycol monoalkyl ethers and esters”；
- 将“1 范围”部分进行了调整，删除了“乙二醇单丁醚”，增加了“乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚醋酸酯和二乙二醇丁醚醋酸酯”；
- 将“2 原理”中“用乙醇和石油醚”改为“溶剂”。

本标准由国家认证认可监督管理委员会归口。

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：陈伟、蔡天培、陈会明、于文莲、王铮。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1802—2006。

室内涂料中乙二醇醚及其酯类的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了室内涂料中乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚醋酸酯和二乙二醇丁醚醋酸酯含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于室内涂料中乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚醋酸酯和二乙二醇丁醚醋酸酯含量的测定。

2 方法提要

涂料中的乙二醇醚及其酯类物质,经溶剂超声提取、定容、离心、过滤后,采用气相色谱-氢火焰离子化检测器法(GC-FID)检测,外标法定量,气相色谱-质谱法(GC-MS)确证。

3 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 乙酸乙酯:色谱纯。

3.3 无水硫酸钠:于 650 °C 灼烧 4 h,储于密闭干燥器中备用。

3.4 标准品(纯度以质量分数计):乙二醇甲醚 $\geq 98\%$ 、乙二醇乙醚 $\geq 98\%$ 、乙二醇甲醚醋酸酯 $\geq 98\%$ 、乙二醇乙醚醋酸酯 $\geq 98\%$ 和二乙二醇丁醚醋酸酯 $\geq 98\%$ 。

3.5 混合标准储备液:称取乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚醋酸酯和二乙二醇丁醚醋酸酯(3.4)各 1.0 g(精确到 1 mg)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(3.1)溶解并定容,振荡摇匀,即得上述五种溶度各为 10 000 mg/L 的混合标准储备液。

3.6 混合标准工作液:分别移取 5.00 mL 混合标准储备液(3.5)于 50 mL 容量瓶中,用溶剂[水性涂料采用甲醇(3.1)作为溶剂,溶剂性涂料采用乙酸乙酯(3.2)作为溶剂]稀释至刻度,充分摇匀。即得 1 000 mg/L 的混合标准工作溶液,逐级稀释得到 500 mg/L、100 mg/L、20 mg/L、5 mg/L、1 mg/L 的混合标准工作液。

4 仪器设备

4.1 天平:感量 0.1 mg。

4.2 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器(FID)。

4.3 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击离子源(EI)。

4.4 超声波清洗仪。

4.5 高速离心机:12 000 r/min。

4.6 注射式样品过滤器,配有有机相滤膜,滤膜孔径为 0.45 μm 。

5 分析步骤

5.1 试样预处理

准确称取涂料 1.0 g(精确到 1 mg)置于 25 mL 具塞试管中,加入 15 mL 溶剂(水性涂料采用甲醇(3.1)作为溶剂,溶剂性涂料采用乙酸乙酯(3.2)作为溶剂),试管放置于超声波清洗器中,超声提取 20 min,待样品完全分散后,将溶液转移至 25 mL 容量瓶中,溶剂清洗试管,洗液并入容量瓶中,然后用溶剂定容至刻度,摇匀,取部分溶液至离心管中,以 12 000 r/min 高速离心 15 min,取 3 mL 上清液至具塞试管中,加入 2 g 无水硫酸钠(3.3)脱水,经过滤器(4.6)过滤后得试样溶液。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱法测定

5.2.1.1 气相色谱条件

气相色谱条件为:

- a) 色谱柱:键合/交联聚乙二醇毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm 或相当者;
- b) 程序升温:初始温度 50 °C,保持 3 min,以 20 °C/min 升至 230 °C,保持 3 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 检测器温度:260 °C;
- e) 载气:氮气,纯度 99.999%,柱流量为 1 mL/min;
- f) 燃气:氢气,纯度 99.999%,流量为 30 mL/min;
- g) 空气流量:300 mL/min;
- h) 尾吹气:氮气,25 mL/min;
- i) 进样方式:分流进样,分流比 5:1;
- j) 进样量:1 μL。

5.2.1.2 气相色谱分析

配制浓度范围在 1 mg/L~1 000 mg/L 的混合标准溶液,在仪器最佳状态下进行测定,以各化合物的色谱峰面积对浓度绘图,得到各化合物的标准曲线。采用相同的仪器条件测定试样溶液,试样溶液中被测物的响应值应在线性范围内。如果试样溶液中被测物的含量超过线性范围,可稀释至合适浓度后进行测定。在上述仪器条件下,被测目标物的标准色谱图参见附录 A。

5.2.2 气相色谱-质谱确证

5.2.2.1 气相色谱-质谱条件

气相色谱-质谱条件为:

- a) 色谱柱:键合/交联聚乙二醇毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm 或相当者;
- b) 程序升温:初始温度 50 °C,保持 3 min,以 20 °C/min 升至 230 °C,保持 3 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 接口温度:280 °C;

- e) 载气:氮气,纯度 99.999%,柱流量为 1 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 离子源温度:150 °C;
- i) 四级杆温度:230 °C;
- j) 检测方式:全扫描(scan);
- k) 离子扫描范围:30 m/z~200 m/z;
- l) 进样方式:分流进样,分流比 5:1;
- m) 溶剂延迟:3 min;
- n) 进样量:1 μL。

5.2.2.2 气相色谱-质谱分析

对于气相色谱法(5.2.1)的测定结果,如果试样溶液和混合标准工作液在相同保留时间有色谱峰出现,则需采用气相色谱-质谱确证。在 5.2.2.1 的条件下进行测定,如果试样溶液中色谱峰的保留时间与标准工作溶液中的相一致(±0.5%),并且在扣除背景后的样品质谱图后,碎片离子的种类和离子丰度比与标准品的离子丰度比(参见附录 B)一致,则可以判定试样中存在被测物;否则判定试样中不含有被测物。乙二醇醚及其酯类标准物质总离子流图及其质谱图参见附录 C。

5.2.3 空白试验

空白试验与试料测定平行进行。

6 分析结果的计算

试样中各化合物的含量 X_i 以百分含量表示,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{c_i \times V_i}{m_i \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_i ——从工作曲线上查得的试样溶液中被测目标物的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_i ——样品溶液最终定容体积,单位为升(L);

m_i ——称取试样量,单位为克(g)。

在符合精密度要求条件下,结果取两次平行测定值的平均值,保留两位有效数字。

7 测定低限和回收率

7.1 测定低限

本方法对乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚醋酸酯和二乙二醇丁醚醋酸酯的测定低限均为 25 mg/kg。

7.2 回收率及精密度

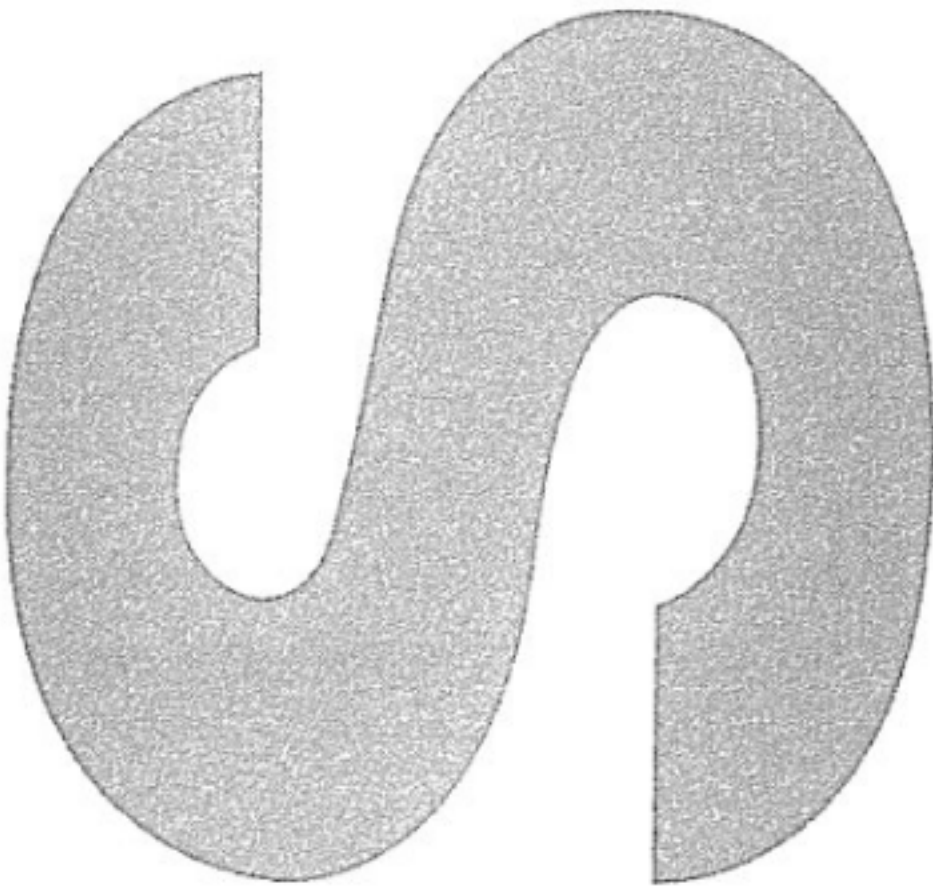
室内水性及溶剂型涂料中添加乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇甲醚醋酸酯和乙二醇乙醚醋酸酯、二乙二醇丁醚醋酸酯的回收率及精密度见表 1 及表 2。

表 1 室内水性涂料添加回收率及精密度($n = 10$) %

名称	添加浓度	回收率范围	相对标准偏差
乙二醇甲醚	0.002 5~0.25	92.6~96.7	2.3~4.2
乙二醇乙醚	0.002 5~0.25	93.4~96.9	2.0~4.5
乙二醇甲醚醋酸酯	0.002 5~0.25	93.4~98.5	2.1~4.8
乙二醇乙醚醋酸酯	0.002 5~0.25	93.2~98.4	2.4~4.1
二乙二醇丁醚醋酸酯	0.002 5~0.25	95.4~97.1	3.2~5.1

表 2 室内溶剂型涂料添加回收率及精密度($n = 10$) %

名称	添加浓度	回收率范围	相对标准偏差
乙二醇甲醚	0.002 5~0.25	93.3~99.5	2.4~3.1
乙二醇乙醚	0.002 5~0.25	94.4~98.2	3.2~4.4
乙二醇甲醚醋酸酯	0.002 5~0.25	93.5~101.5	2.7~4.1
乙二醇乙醚醋酸酯	0.002 5~0.25	94.3~99.4	2.7~4.0
二乙二醇丁醚醋酸酯	0.002 5~0.25	92.9~97.8	2.6~4.7

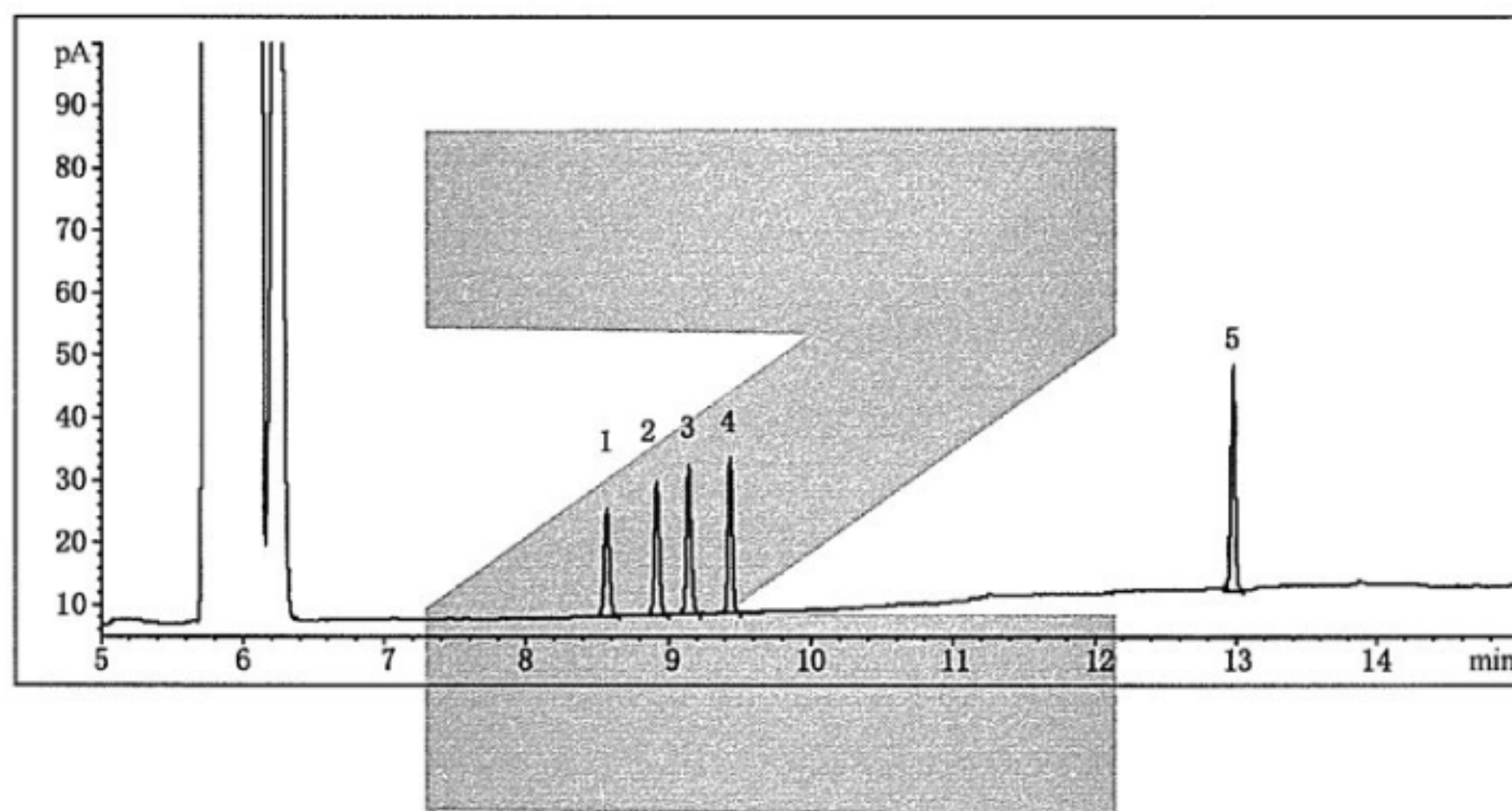


附录 A

(资料性附录)

乙二醇醚及其酯类标准物质气相色谱图

乙二醇醚及其酯类标准物质气相色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——乙二醇甲醚(2-methoxyethanol)；
- 2——乙二醇乙醚(2-Ethoxyethanol)；
- 3——乙二醇甲醚醋酸酯(2-Methoxyethyl acetate)；
- 4——乙二醇乙醚醋酸酯(2-Ethoxyethyl acetate)；
- 5——二乙二醇丁醚醋酸酯[2-(2-Butoxyethoxy)ethyl acetate]。

图 A.1 乙二醇醚及其酯类标准物质气相色谱图

附 录 B

(资料性附录)

乙二醇醚及其酯类特征离子及相对丰度

乙二醇醚及其酯类特征离子及相对丰度见表 B.1。

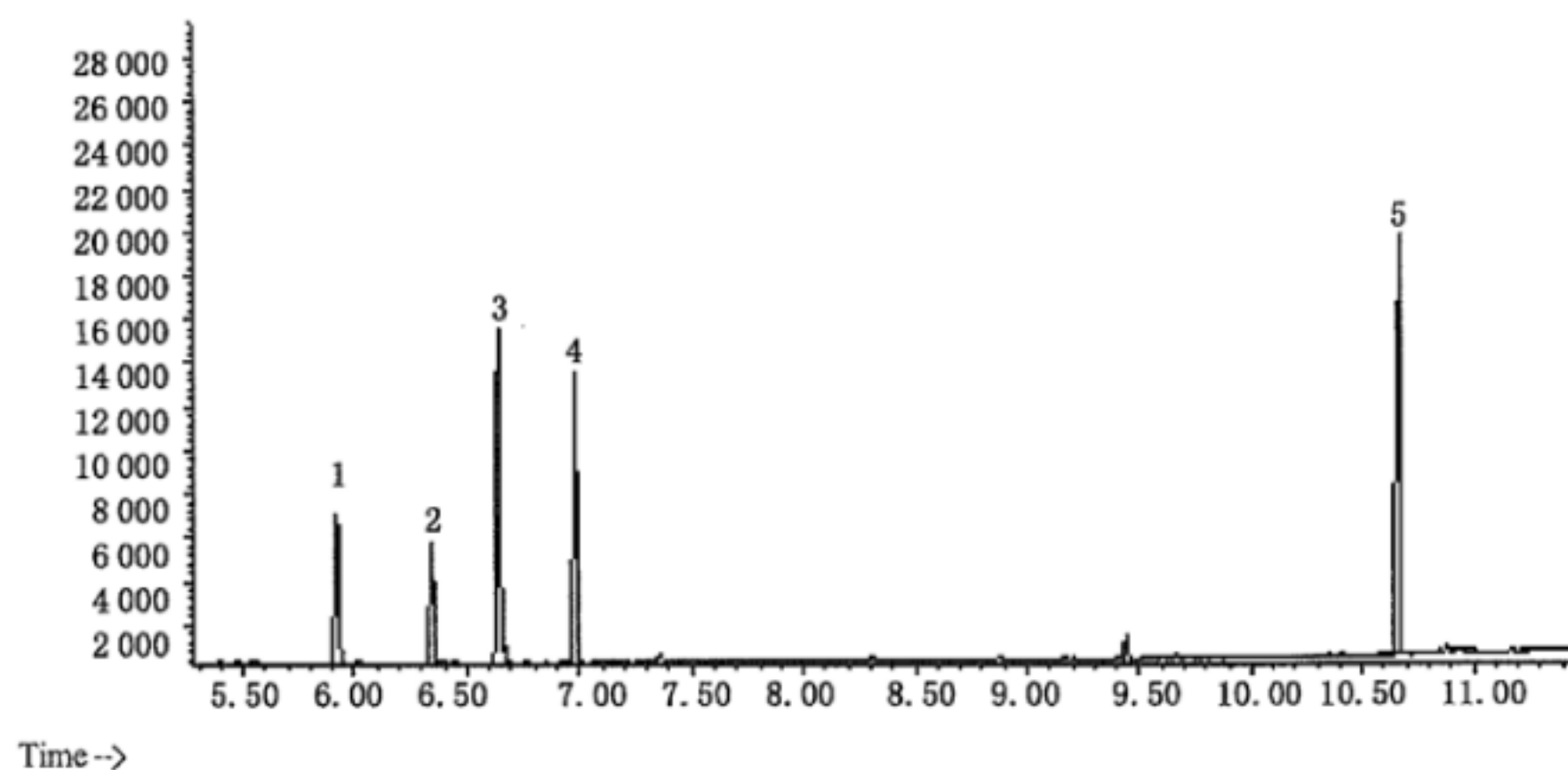
表 B.1 乙二醇醚及其酯类特征离子及相对丰度

序号	被测物目标名称	CAS 编号	特征离子(相对丰度/%)
1	乙二醇甲醚	109-86-4	45(100),31(24.1),47(10.5)
2	乙二醇乙醚	110-80-5	31(100),59(67.8),45(30.8)
3	乙二醇甲醚醋酸酯	110-49-6	43(100),45(56.5),58(61.7)
4	乙二醇乙醚醋酸酯	111-15-9	43(100),59(37.5),72(27.2)
5	二乙二醇丁醚醋酸酯	124-17-4	43(100),57(81.7),87(93.0)

附录 C (资料性附录)

乙二醇醚及其酯类标准物质总离子流图(TIC)及其质谱图

乙二醇醚及其酯类标准物质总离子流图(TIC)见图 C.1,其质谱图见图 C.2。



说明:

- 1——乙二醇甲醚(2-methoxyethanol);
- 2——乙二醇乙醚(2-Ethoxyethanol);
- 3——乙二醇甲醚醋酸酯(2-Methoxyethyl acetate);
- 4——乙二醇乙醚醋酸酯(2-Ethoxyethyl acetate);
- 5——二乙二醇丁醚醋酸酯[2-(2-Butoxyethoxy)ethyl acetate]。

图 C.1 乙二醇醚及其酯类标准物质总离子流图(TIC)

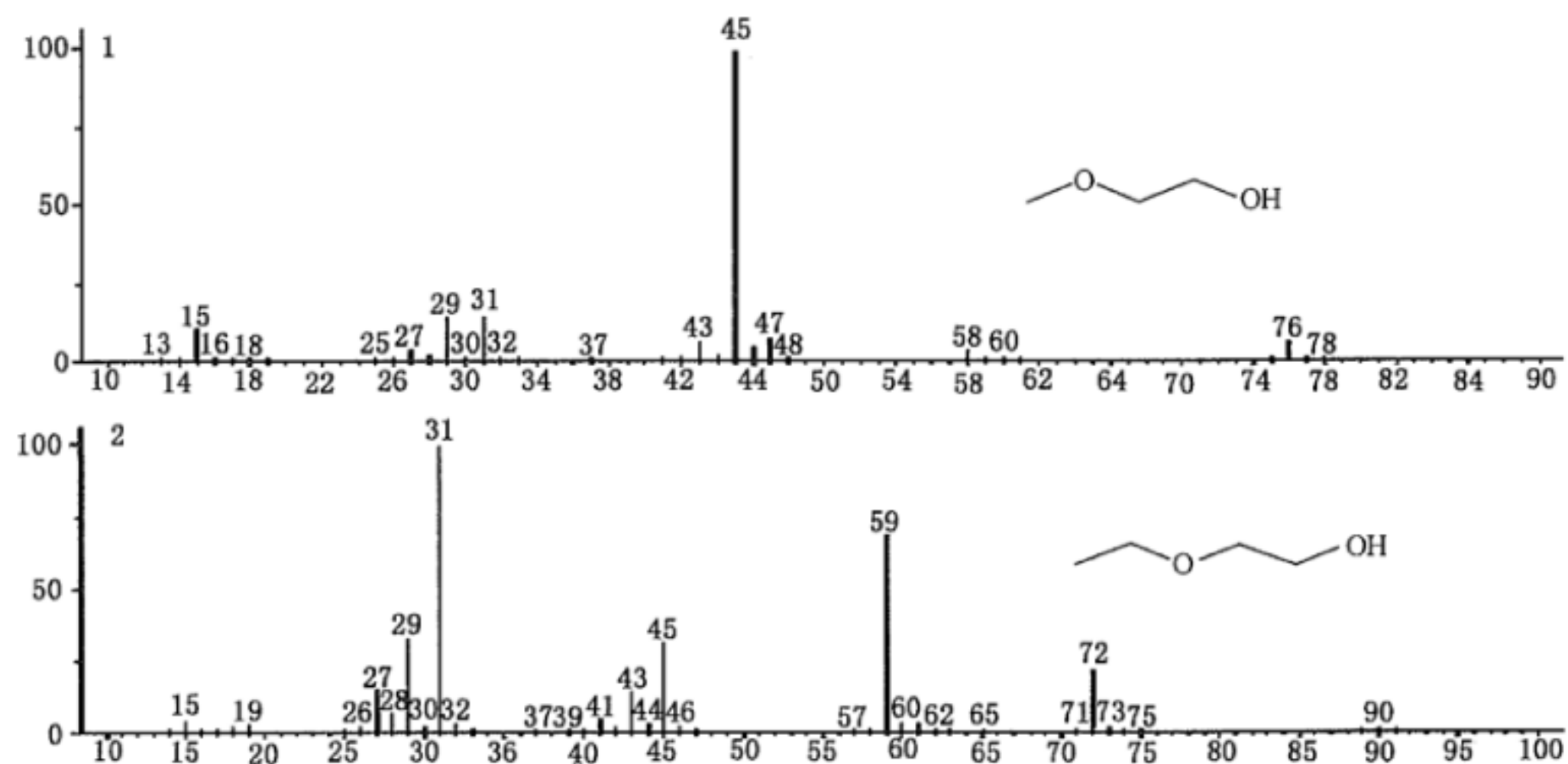
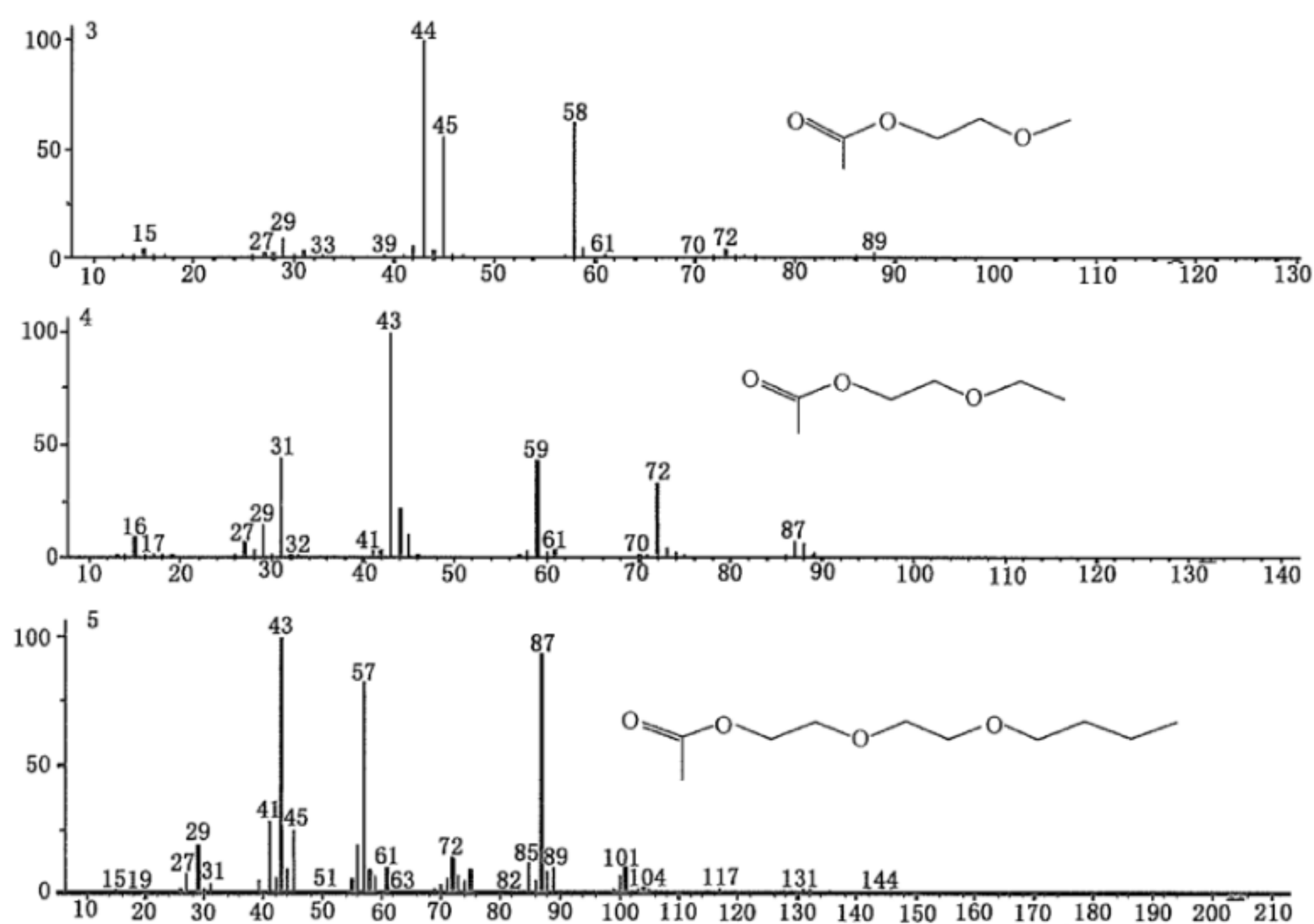


图 C.2 乙二醇醚及其酯类标准物质质谱图



说明:

- 1——乙二醇甲醚(2-methoxyethanol);
- 2——乙二醇乙醚(2-Ethoxyethanol);
- 3——乙二醇甲醚醋酸酯(2-Methoxyethyl acetate);
- 4——乙二醇乙醚醋酸酯(2-Ethoxyethyl acetate);
- 5——二乙二醇丁醚醋酸酯[2-(2-Butoxyethoxy)ethyl acetate]。

图 C.2 (续)



SN/T 1802-2014

书号:155066 • 2-28192

定价: 16.00 元