



中华人民共和国国家标准

GB/T 35532—2017

胶鞋 烷基酚含量试验方法

Rubber shoes—Determination of alkylphenols

2017-12-29 发布

2018-07-01 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

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。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会胶鞋分技术委员会(SAC/TC 35/SC 9)归口。

本标准起草单位:厦门中迅德检测技术有限公司、上海回力鞋业有限公司、泉州鑫泰鞋材有限公司、晋江成昌鞋业有限公司、茂泰(福建)鞋材有限公司、福建远东技术服务有限公司、远宏(福建)实业有限公司、泉州市标准化协会、广州必维技术检测有限公司、福建省正基检测技术有限公司、昆山出入境检验检疫局、东莞市世通仪器检测服务有限公司。

本标准主要起草人:蔡志杰、马燕红、吕培其、周利英、林志杰、陈芹、吴天赐、庄辉煌、欧延、罗显发、李华伟、冯伟钊、许春树、杨华珠、闫肃、刘龙。

胶鞋 烷基酚含量试验方法

警示——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

本标准规定了胶鞋和胶鞋材料中烷基酚的气相色谱-质谱法的测定方法。
本标准适用于胶鞋和胶鞋材料中烷基酚(辛基酚和壬基酚)含量的测定。

2 方法原理

采用甲醇超声波提取样品中的辛基酚和壬基酚，用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定，采用选择离子进行确证，外标法定量。

3 试剂和材料

- 3.1 甲醇：色谱纯。
- 3.2 辛基酚标准物质：CAS 号 140-66-9 或 27193-28-8，纯度 $\geq 96\%$ 。
- 3.3 壬基酚标准物质：CAS 号 25154-52-3 或 84852-15-3，纯度 $\geq 96\%$ ，各种异构体混合物。
- 3.4 样品瓶：40 mL，PTFE/Silica 瓶垫，密封性好。
- 3.5 一次性使用无菌注射器：容积为 2 mL。
- 3.6 针式过滤器：0.45 μm 有机滤膜。
- 3.7 烷基酚标准溶液，1 000 mg/L：称取辛基酚和壬基酚标准物质 0.01 g(精确至 0.1 mg)于 10 mL 容量瓶，用色谱纯甲醇溶解并定容至刻度，摇匀，配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准溶液。
注：此溶液用棕色储液瓶封装，在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存，有效期为 12 个月。
- 3.8 烷基酚标准储备液，100 mg/L：移取 1.0 mL 浓度为 1 000 mg/L 的烷基酚标准溶液于 10 mL 容量瓶，用色谱纯甲醇溶解并定容至刻度，摇匀，配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液。
注：此溶液用棕色储液瓶封装，在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存，有效期为 3 个月。
- 3.9 烷基酚标准储备液，10 mg/L：移取 1.0 mL 浓度为 100 mg/L 的烷基酚标准溶液于 10 mL 容量瓶，用色谱纯甲醇溶解并定容至刻度，摇匀，配制成浓度为 10 mg/L 的标准储备液。
注：此溶液用棕色储液瓶封装，在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存，有效期为 1 个月。
- 3.10 烷基酚标准工作液：根据样品中烷基酚的含量，逐级稀释配制成浓度为 10 mg/L、5.00 mg/L、1.00 mg/L、0.50 mg/L、0.10 mg/L 的标准工作溶液。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)：EI 源。
- 4.2 色谱柱：毛细色谱柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ，DB-35MS 石英毛细管柱或相当者)。
- 4.3 超声波发生器：带有温控器。

GB/T 35532—2017

- 4.4 分析天平:精确到 0.1 mg。
- 4.5 移液枪:体积可调,50 μ L~250 μ L、200 μ L~1 000 μ L、1 mL~10 mL。
- 4.6 容量瓶:10 mL。

5 样品制备

取有代表性的样品,将样品制成不超过 3 mm×3 mm×3 mm 的小试片不少于 5g,混匀。

6 分析步骤

6.1 提取

准确称取 0.5 g 剪碎后的样品,精确至 0.1 mg,置于样品瓶,再用移液枪准确加入 20 mL 甲醇,将样品瓶密闭,用力振荡,使所有试样浸于液体中,放置于超声波发生器中(温度设定为 55 $^{\circ}$ C),先静置于超声波水浴预热 5 min,然后提取 60 min。样品瓶自然冷却或用冰水冷却至室温,用针式注射器移取部分提取液,用 0.45 μ m 滤膜过滤至进样瓶,供 GC-MS 测定。

6.2 测定

6.2.1 参考气相色谱-质谱条件

由于测试结果与所使用的仪器和条件有关,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:DB-35MS 柱,30 m×0.25 mm×0.25 μ m,或相当者;
- b) 色谱柱升温程序:起始温度 80 $^{\circ}$ C 保持 0.5 min,以 20 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,以 10 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 320 $^{\circ}$ C 后保持 4 min;
- c) 进样口温度:300 $^{\circ}$ C;
- d) 气相色谱-质谱接口温度:320 $^{\circ}$ C;
- e) 离子源温度:280 $^{\circ}$ C;
- f) 载气:氦气,纯度 \geq 99.999%,柱流量 1.2 mL/min;
- g) 电离方式:EI;
- h) 电离能量:70 eV;
- i) 质量扫描范围:40 amu~450 amu;
- j) 测定方式:选择离子监测方式;
- k) 进样方式:不分流进样,1.0 min 后开阀;
- l) 溶剂延迟时间:5 min;
- m) 进样量:1 μ L。

6.2.2 气相色谱-质谱定性及定量分析

取试液和烷基酚标准工作液按 6.2.1 条件进行分析,根据色谱峰的保留时间并结合烷基酚的定性离子进行定性;以定量离子(参见表 1)用外标法定量。烷基酚化合物典型气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 A。

表 1 辛基酚/壬基酚定量和定性离子

化学品名称	保留时间/min	定量离子	定性离子
辛基酚	6.18	135	107,135,149,206
壬基酚	6.50~7.50	135,107	107,121,135,220

6.2.3 空白试验

除不加试样外,按上述 6.1~6.2.2 测定步骤进行,以证明检测过程中使用的试剂和材料中没有烷基酚成分的存在。

7 结果计算

样品中烷基酚含量由式(1)计算,取两次平行测定结果的平均值,结果保留至小数点后一位。

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- X —— 试样中烷基酚含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - c —— 由标准曲线而得的样液中烷基酚浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V —— 提取溶剂的体积,单位为毫升(mL);
 - m —— 样品的称样质量,单位为克(g)。

8 方法检出限

本方法中辛基酚的方法检出限为 5 mg/kg,壬基酚的方法检出限为 20 mg/kg,低于检出限的结果报告为“未检出”。

9 回收率和精密度

9.1 回收率

按照本标准进行加标回收试验,烷基酚的加标回收率为 80%~120%。

9.2 精密度

在同一实验室,同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

10 试验报告

- 试验报告应包括以下内容:
- a) 本标准的编号和名称;
 - b) 测试样品的详细说明;

GB/T 35532—2017

- c) 试样中烷基酚的含量,mg/kg;
- d) 与分析步骤的差异;
- e) 试验日期。

doc88-vuonge

附 录 A
(资料性附录)

烷基酚化合物典型气相色谱-质谱选择离子色谱图

烷基酚化合物典型气相色谱-质谱选择离子色谱图参见图 A.1。

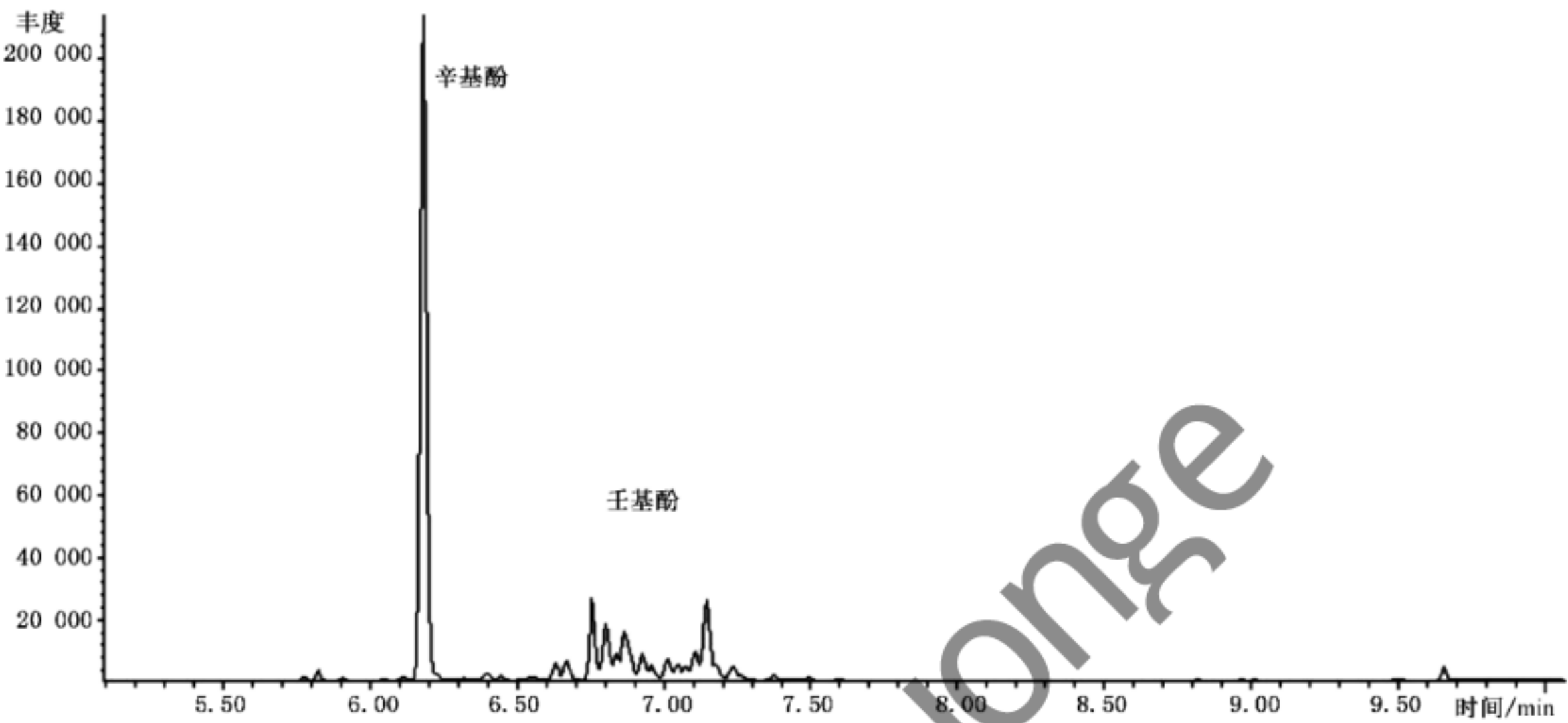


图 A.1 烷基酚化合物典型气相色谱-质谱选择离子色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
胶鞋 烷基酚含量试验方法
GB/T 35532—2017

*

中国标准出版社出版发行
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)

网址: www.spc.org.cn

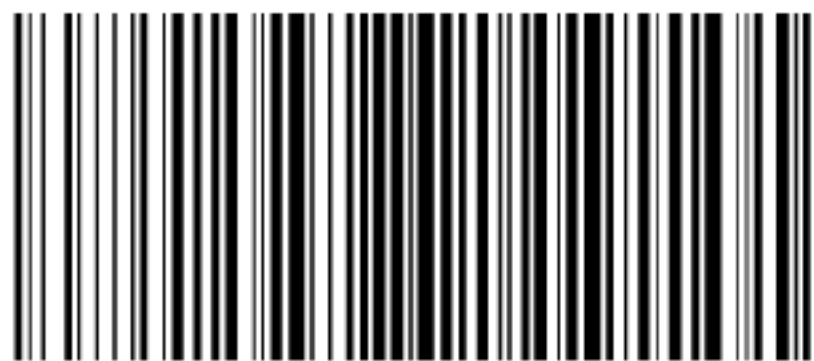
服务热线: 400-168-0010

2018年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-59013

版权专有 侵权必究



GB/T 35532-2017