SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2890—2011

出口食品接触材料　高分子材料　聚碳酸酯树脂及其制品中三乙胺及三正丁胺的测定　气相色谱法

Food contact materials for export—Polymers—Determination of triethylamine and tributylamine in polycarbonate resin and its products—Gas chromatography

2011-05-31 发布　　2011-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：岳大磊、周明辉、苏建晖、黎华亮、李全忠、刘莹峰、王云玉、李丹、翟翠萍、郑建国。

出口食品接触材料　高分子材料　聚碳酸酯树脂及其制品中三乙胺及三正丁胺的测定　气相色谱法

1　范围

本标准规定了聚碳酸酯树脂及其制品中三乙胺和三正丁胺的气相色谱测定方法。

本标准适用于聚碳酸酯树脂及其制品中三乙胺和三正丁胺的测定。

本标准对三乙胺和三正丁胺的测定低限均为 0.4 mg/kg。

2　原理

样品经二氯甲烷溶解后，加入丙酮使聚碳酸酯沉淀，溶液中的三乙胺和三正丁胺经浓缩定容后采用气相色谱法测定，外标法定量。

3　试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯。

3.1　二氯甲烷。

3.2　丙酮。

3.3　三乙胺标准品：纯度大于等于 99%。

3.4　三正丁胺标准品：纯度大于等于 99%。

3.5　三乙胺和三正丁胺标准储备溶液：分别称取 10 mg 三乙胺和 10 mg 三正丁胺于 100 mL 容量瓶中，用二氯甲烷定容至刻度。标准储备溶液在 4 ℃以下避光保存。

3.6　三乙胺(3.3)和三正丁胺(3.4)标准工作溶液：取上述标准储备液 4.0 mL，用二氯甲烷稀释至 100 mL，各取 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于不同的容量瓶中，再用二氯甲烷稀释定容至刻度，制得 0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L、1.0 mg/L 的标准系列工作溶液。该标准工作溶液即配即用。

4　仪器与设备

4.1　气相色谱仪：配有氮磷检测器。

4.2　电子天平：感量 0.1 mg。

4.3　离心机。

4.4　旋转蒸发仪。

4.5　具塞量筒：5 mL。

5　分析步骤

5.1　样品的提取

将样品剪成约 5 mm×5 mm 的小块后称取 1 g(准确至 0.001 g)样品于 200 mL 锥形瓶中，加入

20 mL 二氯甲烷(3.1),溶解后逐滴加入 100 mL 丙酮(3.2),混匀后离心 10 min。上层清液减压浓缩至近 1 mL,再用二氯甲烷(3.1)在具塞量筒中定容至 2.0 mL,供气相色谱测定。

5.2 测定步骤

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 色谱柱:ZB-5 石英毛细管柱,长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 5.00 μm,或相当者。

5.2.1.2 柱温程序:起始柱温 40 ℃维持 5 min,然后以 20 ℃/min 的速率升至 250 ℃维持 5 min。

5.2.1.3 进样口温度:200 ℃。

5.2.1.4 检测器:氮磷检测器,250 ℃。

5.2.1.5 载气:高纯氮,流速 1.0 mL/min。

5.2.1.6 空气流速:60 mL/min。

5.2.1.7 氢气流速:3 mL/min。

5.2.1.8 进样量:1 μL。

5.2.1.9 进样方式:不分流进样。

5.2.2 气相色谱测定

在仪器最佳工作条件下,对标准工作溶液(3.6)分别进样,以峰面积为纵坐标、标准溶液浓度为横坐标绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下三乙胺和三正丁胺的色谱图参见附录 A。

5.3 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行空白试验。

6 结果计算

试样中三乙胺和三正丁胺的含量可由计算机工作站外标法直接计算,也可由式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中:

X_i ——试样中三乙胺或三正丁胺的含量,单位毫克每千克(mg/kg);

c_i ——样液中三乙胺或三正丁胺的浓度,单位毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白溶液中三乙胺或三正丁胺的浓度,单位毫克每升(mg/L);

V ——样液的最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的重量,单位为克(g)。

7 精密度

在重复性条件下,获得两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附 录 A
（资料性附录）
三乙胺和三正丁胺的典型气相色谱图

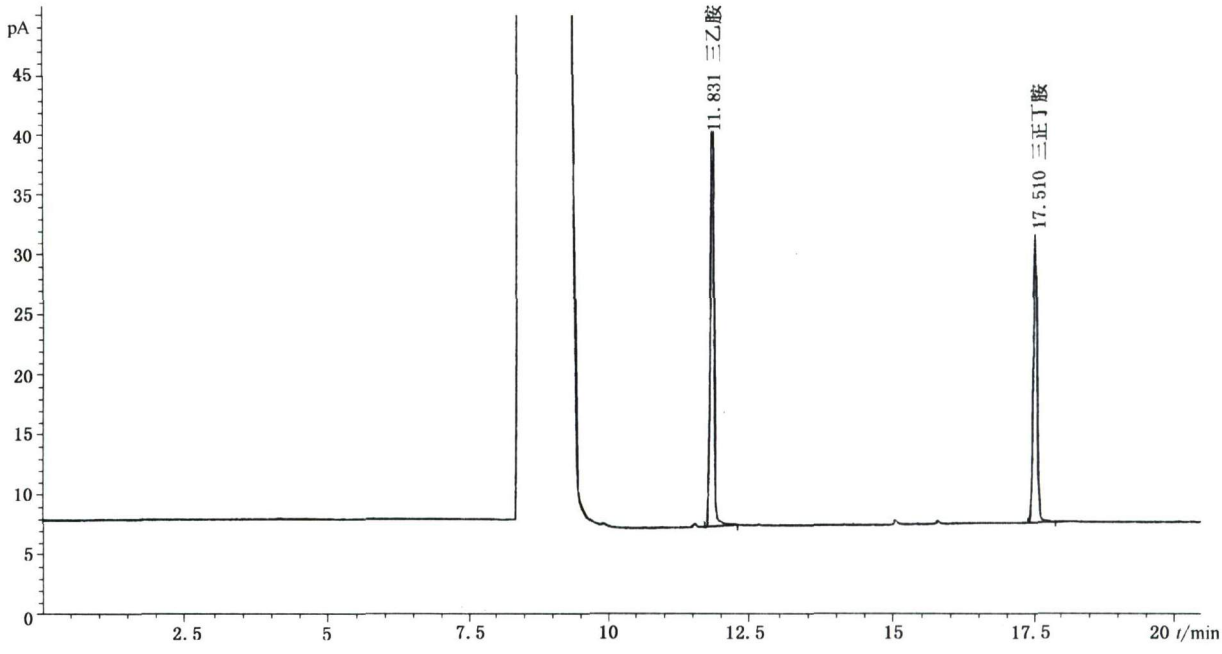


图 A.1 三乙胺和三正丁胺的典型气相色谱图