

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 29609—2013

橡胶 苯酚和双酚 A 的测定

Rubber—Determination of phenol and biphenyl-A

2013-07-19 发布

2013-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡 胶 苯 酚 和 双 酚 A 的 测 定
GB/T 29609—2013

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 010-51780168

010-68522006

2013年9月第一版

*

书号: 155066·1-4742

版权专有 侵权必究

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。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准起草单位:山东玲珑轮胎股份有限公司、厦门正新橡胶工业有限公司、贵州轮胎股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人:陈少梅、刘丽、陈益珊、卞晓婷、周吉、何仙、丁晓英、谢君芳、刘自光。

橡胶 苯酚和双酚 A 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

本标准规定了使用高效液相色谱仪对橡胶中苯酚和双酚 A 的测定方法。
本标准适用于橡胶中苯酚和双酚 A 的测定。

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 3516 橡胶 溶剂抽出物的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

用甲醇提取试样中的苯酚和双酚 A,提取液经过滤后,用高效液相色谱仪进行测定。根据其保留时间定性,用外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 苯酚标准物质:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.4 双酚 A 标准物质:纯度 $\geq 98.5\%$ 。

4.5 液氮。

4.6 苯酚和双酚 A 标准储备溶液:准确称取适量苯酚和双酚 A 标准物质(精确到 0.1 mg),以甲醇配制成苯酚质量浓度为 200 mg/L、双酚 A 质量浓度为 400 mg/L 的标准储备溶液。根据需要用甲醇稀释成适用浓度的标准工作溶液。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配置紫外检测器,自动进样器。

5.2 分析天平:精确至 0.1 mg。

5.3 索氏抽提器,见 GB/T 3516。

5.4 溶剂过滤器。

5.5 0.45 μm 针式油系过滤膜。

5.6 研磨仪。

5.7 筛网(孔径 1 000 μm)。

6 测定步骤

6.1 试样处理

将胶样剪成细小颗粒,经液氮冷冻后放入研磨仪中研磨,过孔径 1 000 μm 的筛网。称取通过筛网的胶样 5.0 g,用滤纸包好,放入索氏抽提器中,用 150 mL 甲醇提取 3.0 h。提取液用甲醇定容于 250 mL 容量瓶。用 0.45 μm 针式油系过滤膜过滤。

6.2 标准工作溶液的制备

移取苯酚和双酚 A 标准储备溶液配制成苯酚质量浓度为 0.002 mg/mL、0.004 mg/mL、0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.04 mg/mL、0.06 mg/mL,双酚 A 质量浓度为 0.004 mg/mL、0.008 mg/mL、0.02 mg/mL、0.04 mg/mL、0.08 mg/mL、0.12 mg/mL 的标准工作溶液。采用同样的配制方法配制空白试液。

6.3 测定

6.3.1 液相色谱测定条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普适参数。推荐的色谱条件如下:

- a) 色谱柱:C18 柱,柱长 150 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm ,或性能类似的色谱柱;
- b) 流动相:甲醇-水(体积比)=60+40;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 紫外检测波长:270 nm;
- e) 柱温:25 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 进样量:10 μL 。

使用两根极性差别尽可能大的色谱柱,在相同的色谱测试条件下对被测试样进行测定,做出色谱图后对比定性。

6.3.2 绘制标准工作曲线

按照 6.3.1 推荐的色谱条件,对标准工作溶液及空白试液进行检测。以标准工作溶液浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图参见附录 A。

6.3.3 试样测定

按照与绘制标准工作曲线相同的色谱条件,测试试样。

6.4 空白试验

除不称取试样外,均按步骤 6.1~6.3.3 进行。

7 结果计算

扣除空白值后,苯酚和双酚 A 的含量 ω ,用 mg/kg 表示,可按式(1)进行计算:

$$\omega = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ω ——苯酚或双酚 A 在胶样中的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c ——未知样品溶液中苯酚或双酚 A 的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c_0 ——空白试液中苯酚或双酚 A 的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V ——定容后抽提液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——抽提的胶样的质量，单位为千克(kg)。

计算结果取 2 次平行试验测试结果的算术平均值表示，计算结果表示到小数点后 2 位。

8 允许差

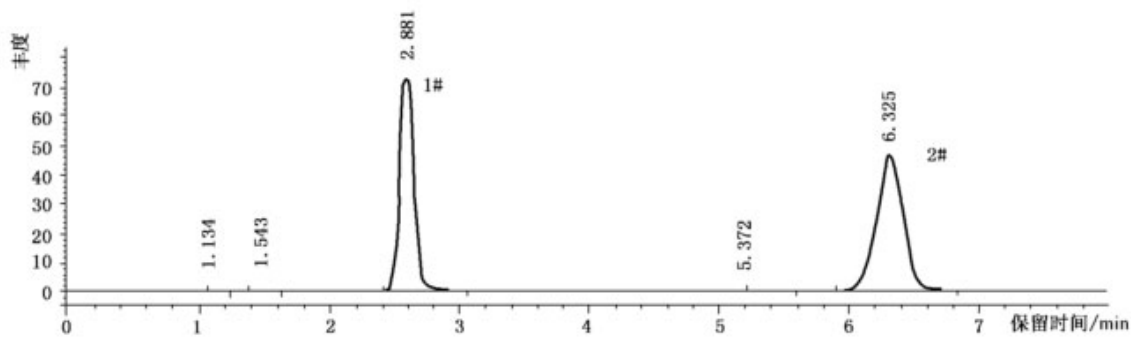
在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准的编号和名称；
- b) 测试样品的详细说明；
- c) 样品中苯酚或双酚 A 的含量，mg/kg；
- d) 与规定的分析步骤的差异；
- e) 在试验中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
苯酚和双酚 A 标准溶液色谱图



说明:

1#——苯酚;

2#——双酚 A。

图 A.1 苯酚和双酚 A 标准溶液色谱图



GB/T 29609-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47422