



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 35923—2018

## 光学功能薄膜 三醋酸纤维素酯(TAC)膜 增塑剂含量测定方法

Optical functional film—Cellulose triacetate (TAC) film—  
Determination of plasticizer content

2018-02-06 发布

2018-09-01 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。

本标准由全国光学功能薄膜材料标准化技术委员会(SAC/TC 431)归口。

本标准起草单位:中国乐凯集团有限公司、保定出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:刘晓慧、刘谦、王香艳、刘萍、臧立恒、姜宁、王菲、刘会双、白银亮。



# 光学功能薄膜 三醋酸纤维素酯(TAC)膜 增塑剂含量测定方法

## 1 范围

本标准规定了三醋酸纤维素酯(TAC)膜中增塑剂(邻苯二甲酸二丁酯即 DBP、邻苯二甲酸丁苄酯即 BBP、邻苯二甲酸二辛酯即 DEHP、邻苯二甲酸二正辛酯即 DNOP、邻苯二甲酸二异壬酯即 DINP、邻苯二甲酸二异癸酯即 DIDP、邻苯二甲酸二甲氧基乙酯即 DMEP、2-联苯基二苯基磷酸酯即 BDP 和磷酸三苯酯即 TPP)含量的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于三醋酸纤维素酯(TAC)膜中增塑剂(DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP、DMEP、BDP 和 TPP)含量的检测。

## 2 原理

用二氯甲烷溶解 TAC 膜,加入正己烷沉淀其中的聚合物,过滤后,增塑剂留在滤液中,采用气相色谱-质谱联用仪检测,外标法定量。

## 3 试剂和材料

3.1 二氯甲烷:色谱纯。

3.2 正己烷:色谱纯。

3.3 标准品:DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP、DMEP、BDP、TPP 标准品:纯度均不低于 99.5%。

3.4 丙酮:色谱纯。

3.5 试验用气体:氮气,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

## 4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪。

4.2 振荡器。

4.3 分析天平(精度为 0.1 mg)。

## 5 分析步骤

### 5.1 器皿准备

实验中所用玻璃器皿,均经过丙酮淋洗,通风晾干后备用。

### 5.2 标准储备液的制备

分别准确称取适量的标准品(3.3),用二氯甲烷(3.1)溶解后转移到 50 mL 容量瓶中,定容,摇匀,得

到 1 000  $\mu\text{g/mL}$  的标准储备液。

### 5.3 标准工作溶液的制备

再用移液管分别准确吸取 10 mL 标准储备液(5.2)于 50 mL 容量瓶中,用正己烷定容,充分摇匀,即得到 200  $\mu\text{g/mL}$  的标准工作溶液;将其逐级稀释,得到 DBP、BBP、DEHP、DNOP、DMEP、BDP、TPP 浓度为 0.2  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、1.0  $\mu\text{g/mL}$ 、2.0  $\mu\text{g/mL}$ 、5.0  $\mu\text{g/mL}$ ,DINP、DIDP 浓度为 1.0  $\mu\text{g/mL}$ 、5.0  $\mu\text{g/mL}$ 、10  $\mu\text{g/mL}$ 、20  $\mu\text{g/mL}$ 、50  $\mu\text{g/mL}$  的混合标准工作溶液,以浓度为横坐标,色谱峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。

### 5.4 样品溶液制备

取 TAC 膜,裁成约 5 mm $\times$ 5 mm 的碎片,然后称取 0.5 g(精确至 1 mg)碎片于 100 mL 三角烧瓶中,用量筒加入 30 mL 二氯甲烷,放在振荡器上缓慢摇动以促进溶解。待样品完全溶解后,用量筒向三角烧瓶中加入正己烷 40 mL,边加边摇动三角烧瓶,使溶液中的三醋酸纤维素酯高聚物形成沉淀,再用定量滤纸过滤,滤液接收于 100 mL 容量瓶中,每次用 5 mL 正己烷洗涤三角烧瓶,再冲洗沉淀,共计三次,合并滤液,用正己烷定容并混合均匀,供 GC-MS 分析。

试验中使用的试剂按 5.4 处理后,进行 GC-MS 分析。

### 5.5 测定

#### 5.5.1 仪器条件

5.5.1.1 色谱柱:DB-5MS 柱[30 m $\times$ 0.25 mm(内径) $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ,100%聚二甲基硅氧烷]或相当者。

5.5.1.2 柱温程序:初始温度 180  $^{\circ}\text{C}$ ,以 15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率升至 300  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 5 min。

5.5.1.3 进样口温度:280  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.1.4 色谱/质谱接口温度:290  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.1.5 载气流量:氮气 1.5 mL/min。

5.5.1.6 进样方式:不分流进样,溶剂延迟 5 min。

5.5.1.7 电离方式:EI。

5.5.1.8 电离能量:70 eV。

5.5.1.9 进样量:1  $\mu\text{L}$ 。

5.5.1.10 监测方式:选择离子扫描模式(SIM),监测离子参见附录 A。

#### 5.5.2 定性分析

进行样品测定时,如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子丰度比与标准样品的离子丰度比一致(相对丰度 $\geq 50\%$ 时,允许 $\pm 10\%$ 偏差;相对丰度 20%~50%时,允许 $\pm 20\%$ 偏差;相对丰度 $\leq 20\%$ 时,允许 $\pm 50\%$ 偏差),则可判断样品中存在相应的组分。

#### 5.5.3 定量分析

本标准采用外标法定量。以各增塑剂的标准溶液浓度为横坐标,各自的离子色谱峰面积为纵坐标,作标准曲线线性回归方程,以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

## 6 结果计算

样品中每种增塑剂的含量按式(1)计算:

$$X_i = c_i V (A_i - A_{ib}) / A_{is} m \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  ——试样中增塑剂  $i$  的含量,单位为毫克每千克(mg/kg),  $i$  分别代表 DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP、DMEP、BDP 和 TPP;

$c_i$  ——从工作曲线上查得的样品溶液中增塑剂的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

$A_i$  ——样品溶液中增塑剂  $i$  的峰面积或峰面积之和;

$A_{ib}$  ——空白溶液中增塑剂  $i$  的峰面积或峰面积之和;

$A_{is}$  ——标准溶液中增塑剂  $i$  的峰面积或峰面积之和;

$m$  ——样品的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到个位数。连续测试两次,取其平均值作为最终测试结果。

## 7 检出限

DBP、BBP、DEHP、DNOP、DMBP、TPP、BDP:10 mg/kg;

DINP、DIDP:50 mg/kg。

## 8 回收率

在试样中加入适当的已知浓度的标准溶液,按上述步骤进行回收率分析,本标准中各组分的回收率为 80%~120%。

## 9 精密度

在重复性条件下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 20%。

## 10 测试报告

测试报告应包括下列内容:

- a) 本标准编号;
- b) 样品标识;
- c) 气相色谱-质谱联用仪的条件;
- d) 检测结果;
- e) 检测日期;
- f) 操作人员。

附录 A  
(资料性附录)

增塑剂标准物的 GC-MS 总离子流色谱图和各组分定量定性选择离子表

A.1 9 种增塑剂标准物的 GC-MS 总离子流色谱图见图 A.1。

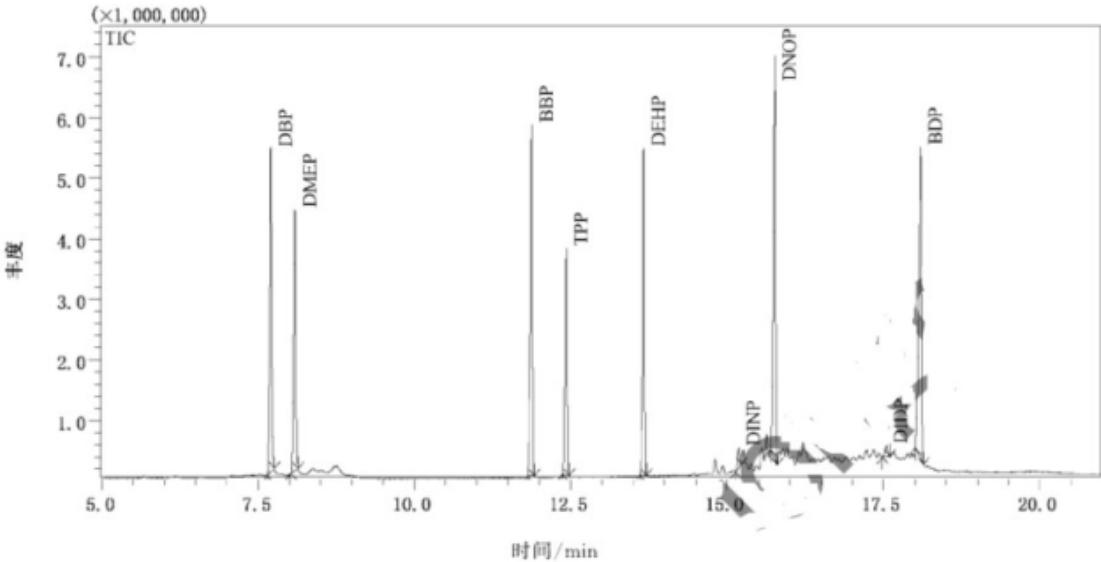


图 A.1 9 种增塑剂标准物的 GC-MS 总离子流色谱图

A.2 总组分定量和定性选择离子表见表 A.1。

表 A.1 总组分定量和定性选择离子表

| 名称   | 保留时间/min  | 定性离子及其丰度比                                 | 定量离子 |
|------|-----------|-------------------------------------------|------|
| DBP  | 7.71      | 149 : 150 : 223 : 205(100 : 9 : 5 : 4)    | 149  |
| DMEP | 8.615     | 59 : 149 : 193 : 251(100 : 33 : 28 : 14)  | 149  |
| BBP  | 11.95     | 149 : 91 : 206 : 238(100 : 72 : 23 : 4)   | 149  |
| TPP  | 12.36     | 326 : 169 : 215 : 233(100 : 34 : 26 : 21) | 326  |
| DEHP | 13.68     | 149 : 167 : 279 : 150(100 : 50 : 32 : 10) | 149  |
| DINP | 15.1~15.5 | 149 : 127 : 293 : 167(100 : 14 : 9 : 6)   | 293  |
| DNOP | 15.89     | 149 : 279 : 167 : 261(100 : 7 : 2 : 1)    | 279  |
| DIDP | 17.5~18   | 149 : 141 : 307 : 150(100 : 50 : 45 : 16) | 307  |
| BDP  | 18.15     | 402 : 168 : 228 : 309(100 : 50 : 45 : 16) | 402  |