



中华人民共和国国家标准

GB 1886.359—2022

食品安全国家标准

食品添加剂 胶基及其配料

2022-06-30 发布

2022-12-30 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 29987—2014《食品安全国家标准 食品添加剂 胶基及其配料》和 GB 29947—2013《食品安全国家标准 食品添加剂 萜烯树脂》。

本标准与 GB 29987—2014 相比,主要变化如下:

- 修改了胶基、胶基配料的定义;
- 修改了第 3 章“基本要求”,增加了 3.5;
- 增加了总砷和铅项目的检验方法;
- 修改了附录 A 中的胶基允许使用的配料物质名单:
 - a) 删除了表 A.1 中氢化植物油、可可粉;
 - b) 修改了表 A.1 中聚合松香(包括木松香、妥尔松香)甘油酯、微晶石蜡的中文名称;
 - c) 在表 A.1 中增加了辛,癸酸甘油酯、二氧化硅、磷酸三钙的中文名称及英文名称;
 - d) 在表 A.1 中增加了食品原料及其规定。
- 修改了附录 C“胶基配料允许使用的合成橡胶”:
 - a) 修改了聚乙烯的相对分子质量;
 - b) 修改了聚异丁烯的生产工艺表述;
 - c) 修改了异丁烯-异戊二烯共聚物(丁基橡胶)的生产工艺表述。
- 修改了附录 D“胶基配料允许使用的树脂”:
 - a) 修改了合成树脂(包括萜烯树脂)的生产工艺表述;
 - b) 表 D.5 理化指标中增加加氏颜色等级和甲苯残留限量;
 - c) 修改了聚合松香(包括木松香、妥尔松香)甘油酯的名称;
 - d) 修改了松香(包括松香、木松香、妥尔松香)季戊四醇酯应符合的规定。
- 修改了附录 E“胶基配料允许使用的蜡类”:
 - a) 修改了巴西棕榈蜡、蜂蜡应符合的标准;
 - b) 修改了石蜡应符合的标准;
 - c) 修改了微晶石蜡的名称。
- 修改了附录 F“胶基配料允许使用的乳化剂、软化剂”:
 - a) 修改了单,双甘油脂肪酸酯、海藻酸钠(又名褐藻酸钠)、乙酰化单,双甘油脂肪酸酯、硬脂酸、硬脂酸钙、硬脂酸镁、硬脂酸钾、蔗糖脂肪酸酯应符合的标准;
 - b) 修改了 F.5 和 F.6 理化指标中酸价的检验方法;
 - c) 增加了辛,癸酸甘油酯及相关要求。
- 修改了附录 G 中苯甲酸钠、丁基羟基茴香醚(BHA)、没食子酸丙酯(PG)、山梨酸钾、维生素 E (dl- α -生育酚,d- α -生育酚,混合生育酚浓缩物)应符合的标准。
- 修改了附录 H“胶基配料允许使用的填充剂”:
 - a) 修改了滑石粉、磷酸氢钙、碳酸钙(包括轻质和重质碳酸钙)应符合的标准;
 - b) 增加了二氧化硅及相关要求;
 - c) 增加了磷酸三钙及相关要求。
- 修改了附录 I 中挥发物测定的烘箱法。

食品安全国家标准

食品添加剂 胶基及其配料

1 范围

本标准适用于胶基及胶基配料。

2 术语和定义

2.1 胶基(又名胶姆糖基础剂或胶基糖果中基础剂物质)

以橡胶和/或树脂等胶基配料经配合制成的用于胶基糖果生产,使胶基糖果具有咀嚼性和/或起泡性,不以营养为目的的基础剂物质。

2.2 胶基配料

用于生产胶基的天然橡胶、合成橡胶、树脂、蜡类、乳化剂、软化剂、抗氧化剂、防腐剂、填充剂以及用作胶基配料的食品原料的总称。

3 基本要求

- 3.1 胶基应选择附录 A 中所列胶基配料配合制成。
- 3.2 胶基配料中天然橡胶、合成橡胶、树脂、蜡类的质量规格应分别符合附录 B~附录 E 的相应规定。
- 3.3 胶基配料中乳化剂和软化剂的质量规格应符合附录 F 的相应规定。
- 3.4 胶基配料中的抗氧化剂、防腐剂、填充剂的质量规格应符合附录 G、附录 H 的相应规定。
- 3.5 用作胶基配料的食品原料应符合相应的标准。

4 胶基技术要求

4.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
气味,状态	无异味,无腐败及霉变现象,无正常视力可见的外来杂质	取适量被测试样于无色透明的容器或白瓷盘中,置于明亮处,观察形态、色泽,并在室温下嗅其气味

4.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检 测 方 法
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.5	GB 5009.11 或 GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.5	GB 5009.12 或 GB 5009.75

5 标识

5.1 胶基配料表应标示胶基生产所用配料(包括食品原料)的类别名称,如天然橡胶、合成橡胶、树脂、蜡类、乳化剂、软化剂、抗氧化剂、防腐剂和填充剂,可不标示具体名称。

5.2 除配料表外,胶基及胶基配料的标识应按 GB 29924 的要求执行;胶基可不标示“食品添加剂”字样。

附 录 A
胶基允许使用的胶基配料名单

胶基允许使用的胶基配料见表 A.1。各成分用量按相关规定执行,未规定者按生产需要适量使用。

表 A.1 胶基允许使用的胶基配料名单

中文名称/类别	英文名称
A1 天然橡胶	natural gum
1 巴拉塔树胶	massaranduba balata
2 节路顿胶	jelutong
3 来开欧胶	leche caspi (sorva)
4 茨茨棕树胶	chiquibul
5 糖胶树胶	chicle
6 天然橡胶(乳胶固形物)	natural rubber (latex solids)
A2 合成橡胶	synthetic rubber
1 丁二烯-苯乙烯 75/25、50/50 橡胶(丁苯橡胶)	butadiene-styrene rubber 75/25,50/50 (SBR)
2 聚丁烯	polybutylene
3 聚乙烯	polyethylene
4 聚异丁烯	polyisobutylene
5 异丁烯-异戊二烯共聚物(丁基橡胶)	isobutylene-isoprene copolymer (butyl rubber)
A3 树脂	resin
1 部分二聚松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甘油酯	glycerol ester of partially dimerized rosin (gum, wood, tall oil)
2 部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甘油酯	glycerol ester of partially hydrogenated rosin (gum, wood, tall oil)
3 部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)季戊四醇酯	pentaerythritol ester of partially hydrogenated rosin (gum, wood, tall oil)
4 部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甲酯	methyl ester of partially hydrogenated rosin (gum, wood, tall oil)
5 醋酸乙烯酯-月桂酸乙烯酯共聚物	vinyl acetate-vinyl laurate copolymer
6 合成树脂(包括萜烯树脂)	synthetic resin (synthetic terpene resin)
7 聚醋酸乙烯酯	polyvinyl acetate (PVA)
8 聚合松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甘油酯	glycerol ester of polymerized rosin (gum, wood, tall oil)
9 木松香甘油酯	glycerol ester of wood rosin
10 松香(包括松香、木松香、妥尔松香)季戊四醇酯	pentaerythritol ester of rosin (gum, wood, tall oil)
11 松香甘油酯	glycerol ester of gum rosin
12 妥尔松香甘油酯	glycerol ester of tall oil rosin

表 A.1 (续)

中文名称/类别	英文名称
A4 蜡类	wax
1 巴西棕榈蜡 2 蜂蜡 3 聚乙烯蜡均聚物 4 石蜡 5 石油石蜡(费-托合成法) 6 微晶蜡 7 小烛树蜡	carnauba wax beeswax polyethylene-wax homopolymer paraffin paraffin wax, synthetic (Fischer-Tropsch) microcrystalline wax candelilla wax
A5 乳化剂、软化剂	emulsifier & softener
1 丙二醇 2 单、双甘油脂肪酸酯 3 甘油(丙三醇) 4 果胶 5 海藻酸、海藻酸钠(又名褐藻酸钠)、海藻酸铵 6 磷脂 7 明胶 8 三乙酸甘油酯 9 乙酰化单、双甘油脂肪酸酯 10 硬脂酸、硬脂酸钙、硬脂酸镁、硬脂酸钠、硬脂酸钾 11 蔗糖脂肪酸酯 12 辛,癸酸甘油酯	propylene glycol mono-and diglycerides of fatty acids glycerine(glycerol) pectins alginic acid, sodium alginate, ammonium alginate phospholipid gelatin triacetin acetylated mono- and diglyceride (acetic and fatty acid esters of glycerol) stearic acid and its calcium, magnesium, sodium & potassium salts sucrose esters of fatty acid octyl and decyl glycerate
A6 抗氧化剂、防腐剂	antioxidant, preservative
1 苯甲酸钠 2 丁基羟基茴香醚(BHA) 3 二丁基羟基甲苯(BHT) 4 没食子酸丙酯(PG) 5 山梨酸钾 6 维生素 E(dl- α -生育酚, d- α -生育酚, 混合生育酚浓缩物) 7 竹叶抗氧化物	benzoic acid, sodium benzoate butylated hydroxyanisole butylated hydroxytoluene propyl gallate sorbic acid, potassium sorbate vitamin E (dl- α -tocopherol, d- α -tocopherol, mixed tocopherol concentrate) antioxidant of bamboo leaves
A7 填充剂	filling agent
1 滑石粉 2 磷酸氢钙 3 碳酸钙(包括轻质和重质碳酸钙) 4 碳酸镁 5 二氧化硅 6 磷酸三钙	talc calcium hydrogen phosphate (dicalcium orthophosphate) calcium carbonate(light, heavy) magnesium carbonate silicon dioxide tricalcium orthophosphate(calcium phosphate)
A8 用作胶基配料的食品原料	food raw materials
发挥 A5~A7 所列一种或多种胶基配料功能的食品原料,如可可粉、可可脂、食用油脂制品等	

附录 B

胶基配料允许使用的天然橡胶

B.1 巴拉塔树脂

B.1.1 性状

天然植物源性凝结物。因含水量和精制过程中热处理方式的不同,呈色由白色至棕色。一般不溶于水 and 冷乙醇,部分溶于热乙醇,溶于油脂。

B.1.2 理化指标

应符合表 B.1 的规定。

表 B.1 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

B.2 节路顿胶

B.2.1 性状

天然植物源性凝结物,块状树脂,由树脂部分和树胶部分组成。

B.2.2 理化指标

应符合表 B.1 的规定。

B.3 来开欧胶

B.3.1 性状

主要成分是香树素乙酸盐和聚异戊二烯。外观呈灰白色,切开后内呈雪白色的块状固体,无味无臭。

B.3.2 理化指标

应符合表 B.1 的规定。

B.4 芡茨棕树胶**B.4.1 性状**

主要由树脂部分和树胶部分组成。外观呈灰白色,切开后内呈雪白色的块状固体。

B.4.2 理化指标

应符合表 B.1 的规定。

B.5 糖胶树胶**B.5.1 性状**

常温下为有弹性和可塑性的树胶状物质,加热后为糖浆状粘稠体。不溶于水,溶于大多数有机溶剂。

B.5.2 理化指标

应符合表 B.1 的规定。

B.6 天然橡胶(乳胶固形物)**B.6.1 性状**

白色有韧性片状或块状胶体,不易氧化。常温下有较高弹性,略有塑性,低温时结晶硬化。有较好的耐碱性,但不耐强酸。不溶于水、低级酮和醇类,在非极性溶剂(如三氯甲烷、四氯化碳等)中能溶胀。

B.6.2 理化指标

应符合表 B.2 的规定。

表 B.2 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
氮(凯氏法)/%	≤	0.65 GB/T 8088
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	3 GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	3 GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤	0.5 GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤	1 GB 5009.15

附录 C

胶基配料允许使用的合成橡胶

C.1 丁二烯-苯乙烯 75/25、50/50 橡胶(丁苯橡胶)

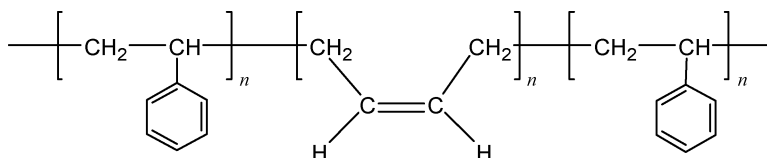
C.1.1 生产工艺

由丁二烯和苯乙烯制得的合成橡胶,分两种等级,所含丁二烯和苯乙烯的比例分别为 75 : 25 和 50 : 50。

C.1.2 性状

通常为浅黄色有韧性片状或块状物,也可为乳胶态物质,具有轻微橡胶味。

C.1.3 结构式



C.1.4 理化指标

应符合表 C.1 的规定。

表 C.1 理化指标

项目	指标		检验方法
	SBR 50/50	SBR 75/25	
结合态苯乙烯/%	45.0~50.0	22.0~26.0	GB/T 8658
苯乙烯残留/(mg/kg)	≤ 30	20	附录 I 中 I.2
己烷残留/(mg/kg)	≤ 100		附录 I 中 I.3
1,3-丁二烯/(mg/kg)	≤ 0.5		附录 I 中 I.4
苯醌/(mg/kg)	≤ 20		附录 I 中 I.5
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3		GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3		GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 3		GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1		GB 5009.15
锂(Li)/%	≤ 0.007 5		附录 I 中 I.6

C.2 聚丁烯

C.2.1 生产工艺

由丁烯聚合而成的高分子惰性聚合物。

C.2.2 性状

无色至浅黄色粘稠液体,无味或具有轻微特殊气味。溶于苯,几乎不溶于水、丙酮或乙醇。

C.2.3 分子式



C.2.4 理化指标

应符合表 C.2 的规定。

表 C.2 理化指标

项目	指标	检验方法
氯化物(以 Cl 计)/%	≤ 0.014	附录 I 中 I.7
低分子聚合物/%	≤ 0.40	附录 I 中 I.8
灼烧残渣/%	≤ 0.05	GB/T 7531
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10	GB 5009.74
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76

C.3 聚乙烯

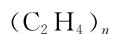
C.3.1 生产工艺

由乙烯在高温和高压下直接聚合而成的高分子惰性聚合物。

C.3.2 性状

白色、半透明、部分结晶及部分无定形的树脂。溶于热苯,不溶于水,在低温时能保持一定的柔软度。

C.3.3 分子式



C.3.4 相对分子质量

相对分子质量 ≥ 2 000。

C.3.5 理化指标

应符合表 C.3 的规定。

表 C.3 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
挥发物质/%	≤ 0.5	附录 I 中 I.9
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

C.4 聚异丁烯

C.4.1 生产工艺

聚异丁烯是由异丁烯聚合而成的高分子惰性化合物。

C.4.2 性状

呈浅色(无色至浅黄色),可溶于二异丁烯和苯中,但不溶于水、酒精。

C.4.3 分子式



C.4.4 相对分子质量

相对分子质量 $\geq 37\ 000$ 。

C.4.5 理化指标

应符合表 C.4 的规定。

表 C.4 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
挥发物质/%	≤ 0.3	附录 I 中 I.9
异丁烯/(mg/kg)	≤ 30	附录 I 中 I.4
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

C.5 异丁烯-异戊二烯共聚物(丁基橡胶)

C.5.1 生产工艺

异丁烯-异戊二烯共聚物是一种合成共聚物,通常由异丁烯和异戊二烯在氯甲烷溶液中,使用氯化

铝或烷基铝作为催化剂共聚而成。

C.5.2 性状

白色或淡色固体或半固体,具有丁基橡胶特有的气味,不溶于乙醇和丙酮。

C.5.3 理化指标

应符合表 C.5 的规定。

表 C.5 理化指标

项目	指标	检验方法
挥发物质/%	≤ 1	附录 I 中 I.9 或 GB/T 24131.1 或 GB/T 24131.2
异丁烯/(mg/kg)	≤ 30	附录 I 中 I.4
异戊二烯/(mg/kg)	≤ 15	附录 I 中 I.4
总不饱和度/(mol%)	≤ 3	附录 I 中 I.10
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

附录 D
胶基配料允许使用的树脂

D.1 部分二聚松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甘油酯**D.1.1 生产工艺**

以部分二聚松香(松香、木松香、妥尔松香)树脂为原料,经甘油酯化反应、蒸汽提纯而成。

D.1.2 性状

浅琥珀色硬质树脂,溶于丙酮,不溶于水。

D.1.3 理化指标

应符合表 D.1 的规定。

表 D.1 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	3~8	GB/T 8146
软化点/℃	≥ 103	GB/T 8146
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

D.2 部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甘油酯

应符合 GB 10287 要求。

D.3 部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)季戊四醇酯**D.3.1 生产工艺**

以部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)树脂为原料,经季戊四醇酯化反应、蒸汽提纯而成。

D.3.2 性状

浅琥珀色硬质树脂,溶于丙酮,不溶于水和乙醇。

D.3.3 理化指标

应符合表 D.2 的规定。

表 D.2 理化指标

项目	指标	检验方法
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	6~18	GB/T 8146
软化点/°C	≥ 94	GB/T 8146
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

D.4 部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甲酯

D.4.1 生产工艺

以部分氢化松香(包括松香、木松香、妥尔松香)树脂为原料,经甲酯酯化反应、蒸汽提纯而成。

D.4.2 性状

浅琥珀色液体树脂,溶于丙酮,不溶于水和乙醇。

D.4.3 理化指标

应符合表 D.3 的规定。

表 D.3 理化指标

项目	指标	检验方法
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	4~8	GB/T 8146
折射率(20 °C)	1.517~1.520	GB/T 14454.4
铅(Pb)/mg/kg	≤ 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

D.5 醋酸乙烯酯-月桂酸乙烯酯共聚物

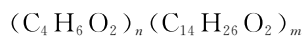
D.5.1 生产工艺

由醋酸乙烯和月桂酸乙烯按一定比例共聚而成。

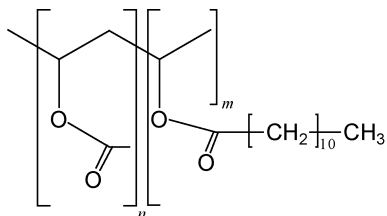
D.5.2 性状

无色至黄色固体,无臭、无味。

D.5.3 分子式



D.5.4 结构式



D.5.5 理化指标

应符合表 D.4 的规定。

表 D.4 理化指标

项目	指标	检验方法
干燥减量/%	≤ 1	GB 5009.3
游离乙酸/%	≤ 0.05	附录 I 中 I.11
残留醋酸乙烯酯单体/(mg/kg)	≤ 5	附录 I 中 I.12
铅(Pb)/mg/kg	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

D.6 合成树脂(包括萜烯树脂)

D.6.1 生产工艺

由淡黄色至黄色热塑性高分子固体树脂组成的合成萜烯树脂,主要为脂松节油、脂松节油来源的 α -蒎烯、脂松节油来源的 β -蒎烯中的一种或多种原料和/或脂松节油来源的双戊烯在溶剂(如甲苯等)中聚合而成。

D.6.2 性状

浅黄色脆性固体,溶于苯和植物油,不溶于水、乙醇和丙酮。

D.6.3 理化指标

应符合表 D.5 的规定。

表 D.5 理化指标

项目	指标	检验方法
加氏颜色等级	≤ 4	GB/T 9281.1 ^a
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 5	GB/T 8146
甲苯残留(适用于以甲苯为溶剂)/(mg/kg)	≤ 25	附录 I 中 I.13
溶剂残留(适用于除甲苯以外溶剂)/(mg/kg)	≤ 100	
皂化值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 5	附录 I 中 I.14
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15
^a 试样液为质量分数为 50% 试样石油醚溶液。		

D.7 聚醋酸乙烯酯

D.7.1 生产工艺

由醋酸乙烯单体聚合而成的固态树脂。

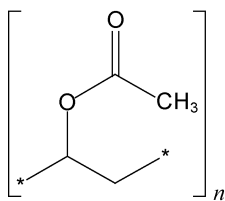
D.7.2 性状

透明、水白色到浅黄色,粒状、片状等。易溶于丙酮,不溶于水。

D.7.3 分子式



D.7.4 结构式



D.7.5 相对分子质量

相对分子质量 $\geq 2\ 000$ 。

D.7.6 理化指标

应符合表 D.6 的规定。

表 D.6 理化指标

项目	指标	检验方法	
干燥减量/%	≤	1	GB 5009.3
游离乙酸/%	≤	0.05	附录 I 中 I.15
残留醋酸乙烯酯单体/(mg/kg)	≤	5	附录 I 中 I.12
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤	0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤	1	GB 5009.15

D.8 聚合松香(包括松香、木松香、妥尔松香)甘油酯

D.8.1 生产工艺

以聚合松香(包括松香、木松香、妥尔松香)为原料,经甘油酯化反应、蒸汽提纯而成。

D.8.2 性状

淡琥珀色或者更淡的硬质树脂,溶于丙酮,不溶于水和乙醇。

D.8.3 理化指标

应符合表 D.7 的规定。

表 D.7 理化指标

项目	指标	检验方法	
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)		3~9	GB/T 8146
软化点/℃	≥	80	GB/T 8146
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤	1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤	1	GB 5009.15

D.9 木松香甘油酯

D.9.1 生产工艺

以浅色木松香为原料,经甘油酯化反应、蒸汽提纯而成。

D.9.2 性状

黄色到浅琥珀色硬质树脂,溶于丙酮,不溶于水。

D.9.3 理化指标

应符合表 D.8 的规定。

表 D.8 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	3~9	GB/T 8146
软化点/℃	≥ 82	GB/T 8146
铅(Pb)/mg/kg	≤ 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

D.10 松香(包括松香、木松香、妥尔松香)季戊四醇酯

应符合 GB 1886.96 等相关标准要求。

D.11 松香甘油酯

应符合 GB 10287 要求。

D.12 妥尔松香甘油酯

D.12.1 生产工艺

以妥尔油松香为原料,经甘油酯化、蒸汽提纯而成。

D.12.2 性状

浅琥珀色硬质树脂,溶于丙酮,不溶于水和乙醇。

D.12.3 理化指标

应符合表 D.9 的规定。

表 D.9 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	2~12	GB/T 8146
软化点/℃	≥ 80	GB/T 8146
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

附录 E

胶基配料允许使用的蜡类

E.1 巴西棕榈蜡

应符合 GB 1886.84 要求。

E.2 蜂蜡

应符合 GB 1886.87 要求。

E.3 聚乙烯蜡均聚物

E.3.1 生产工艺

由固体碳氢化合物提炼而成。通过乙烯催化聚合,或由乙烯和(C₃~C₁₂) α -烯烃以线性方式聚合而成。

E.3.2 性状

微白至白色,易溶于芳香族碳氢化合物,不易溶于酮类、酯类和醇类。

E.3.3 相对分子质量

500~1 200。

E.3.4 理化指标

应符合表 E.1 的规定。

表 E.1 理化指标

项目	指标	检验方法
紫外吸收(多环碳氢化合物)	280 nm~289 nm:不超过 0.15 290 nm~299 nm:不超过 0.12 300 nm~359 nm:不超过 0.08 360 nm~400 nm:不超过 0.02	GB/T 7363
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

E.4 石蜡

应符合 GB 1886.26 要求。

E.5 石油石蜡(费-托合成法)

E.5.1 生产工艺

按费-托法由一氧化碳和氢经接触合成为石蜡碳氢混合物,低相对分子质量部分由蒸馏法除去,其他部分经氢化和用活性炭进一步作渗滤处理后而得。

E.5.2 性状

白色,在室温环境非常坚硬,可溶于热芳香烃类溶剂。

E.5.3 理化指标

应符合表 E.2 的规定。

表 E.2 理化指标

项目	指标	检验方法
凝固点/℃	93.3~98.9	SH/T 0132
吸光率(88℃ 290 nm~299 nm)/%	≤ 0.01	GB/T 7363
含油量/%	≤ 0.50	GB/T 3554
苯并(a)芘/(μg/kg)	≤ 50	GB 5009.27
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.15

E.6 微晶蜡

应符合 GB 22160 要求。

E.7 小烛树蜡

E.7.1 生产工艺

由植物小蜡烛树的叶、茎和枝在含有硫酸的热水中浸渍,使蜡质上浮,撇取后精制而成。

E.7.2 性状

黄棕色不透明至透明硬质脆性蜡。

E.7.3 理化指标

应符合表 E.3 的规定。

表 E.3 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	12~22	GB 1986
皂化值	43~65	附录 I 中 I.16
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	2	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	3	GB 5009.11 或 GB 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg) ≤	0.5	GB 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg) ≤	1	GB 5009.15

附 录 F
胶基配料允许使用的乳化剂、软化剂

F.1 丙二醇

应符合 GB 29216 要求。

F.2 单,双甘油脂肪酸酯

应符合 GB 1886.65 要求。

F.3 甘油(丙三醇)

应符合 GB 29950 要求。

F.4 果胶

应符合 GB 25533 要求。

F.5 海藻酸**F.5.1 生产工艺**

亲水性的胶质糖类,从多种褐海藻(如海带、巨藻等)中经提取加工而得。

F.5.2 性状

白色至淡黄色的纤维状颗粒及粉末。无臭无味,或者有轻微特殊气味和味感。3%的水悬浮液 pH 为 2.0~3.4。

F.5.3 分子式**F.5.4 相对分子质量**

理论计算值:176.13,实测平均值:200.00。

F.5.5 理化指标

应符合表 F.1 的规定。

表 F.1 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
干燥减量/(g/100 g)	≤ 15	GB 5009.3—2016 第一法
灼烧残渣(以干基计)/%	≤ 8(硫酸盐灰分)	附录 I 中 I.17
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 5	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76

F.6 海藻酸钠(又名褐藻酸钠)

应符合 GB 1886.243 要求。

F.7 海藻酸铵

F.7.1 生产工艺

由海藻酸与氨水、碳酸铵或碳酸氢铵在一定条件下经中和、干燥等工艺制成。

F.7.2 性状

白色至淡黄色的纤维状或颗粒状粉末,几乎无臭无味。缓慢溶于水形成粘稠溶液。不溶于乙醇或 30% 以上的乙醇溶液。不溶于三氯甲烷,乙醚及 pH 低于 3 的酸溶液。

F.7.3 分子式



F.7.4 相对分子质量

理论计算值:193.16,实测平均值:217.00。

F.7.5 理化指标

应符合表 F.2 的规定。

表 F.2 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
干燥减量/(g/100 g)	≤ 15	GB 5009.3—2016 第一法
灼烧残渣/%	≤ 7(干基)	附录 I 中 I.17
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 5	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76

F.8 磷脂

应符合 GB 28401 要求。

F.9 明胶

应符合 GB 6783 要求。

F.10 三乙酸甘油酯

F.10.1 生产工艺

由甘油与乙酸(或乙酐)酯化后经真空蒸馏提炼制得。

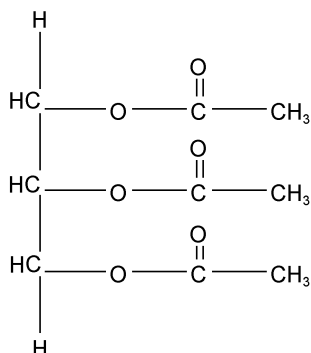
F.10.2 性状

无色略呈油状液体,具有轻微油脂气和苦味。低于 $-37\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时呈玻璃晶态。微溶于水,混溶于乙醇、乙酐和三氯甲烷。

F.10.3 分子式



F.10.4 结构式



F.10.5 相对分子质量

218.20。

F.10.6 理化指标

应符合表 F.3 的规定。

表 F.3 理化指标

项目	指标	检验方法
三乙酸甘油酯含量/%	\geq 98.5	附录 I 中 I.18
水分/(g/100 g)	\leq 0.2	GB 5009.3—2016 第三法或第四法
相对密度(25 °C/25 °C)	1.154~1.158	GB/T 11540
折射率(25 °C)	1.429~1.431	GB/T 14454.4
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 1	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 3	GB 5009.11 或 GB 5009.76

F.11 乙酰化单、双甘油脂肪酸酯

应符合 GB 1886.80 要求。

F.12 硬脂酸

应符合 GB 1886.101 要求。

F.13 硬脂酸钙

应符合 GB 1886.102 要求。

F.14 硬脂酸镁

应符合 GB 1886.91 要求。

F.15 硬脂酸钠**F.15.1 生产工艺**

由硬脂酸与氢氧化钠(或硬脂酸钙与氯化钠)进行反应而制得。

F.15.2 性状

白色粉末,具有脂肪气味,有滑腻感,溶于热水和乙醇,遇酸分解成硬脂酸和相应的钠盐。

F.15.3 理化指标

应符合表 F.4 的规定。

表 F.4 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法	
硬脂酸钠含量/%	≥	98.0	附录 I 中 I.19
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)		196~211	GB 5009.229,试样处理见附录 I 中 I.20
碘值/(g/100 g)	≤	4.0	GB/T 5532,试样处理见附录 I 中 I.20
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	2	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	3	GB 5009.11 或 GB 5009.76

F.16 硬脂酸钾

应符合 GB 31623 要求。

F.17 蔗糖脂肪酸酯

应符合 GB 1886.27 或 GB 10617 要求。

F.18 辛,癸酸甘油酯

应符合 GB 28302 要求。

附 录 G
胶基配料允许使用的抗氧化剂、防腐剂

G.1 苯甲酸钠

应符合 GB 1886.184 要求。

G.2 丁基羟基茴香醚(BHA)

应符合 GB 1886.12 要求。

G.3 二丁基羟基甲苯(BHT)

应符合 GB 1900 要求。

G.4 没食子酸丙酯(PG)

应符合 GB 1886.14 要求。

G.5 山梨酸钾

应符合 GB 1886.39 要求。

G.6 维生素 E(dl - α -生育酚, d - α -生育酚, 混合生育酚浓缩物)

应符合 GB 29942、GB 1886.233 等要求。

G.7 竹叶抗氧化物

应符合 GB 30615 要求。

附 录 H
胶基配料允许使用的填充剂

H.1 滑石粉

应符合 GB 1886.246 要求。

H.2 磷酸氢钙

应符合 GB 1886.3 要求。

H.3 碳酸钙(包括轻质和重质碳酸钙)

应符合 GB 1886.214 要求。

H.4 碳酸镁

应符合 GB 25587 要求。

H.5 二氧化硅

应符合 GB 25576 要求。

H.6 磷酸三钙

应符合 GB 25558 要求。

附 录 I

检 验 方 法

I.1 一般规定

I.1.1 本附录所列检验方法为仲裁方法,与本附录等效的检验方法也可用于相关项目的检测。

I.1.2 除另有说明外,本附录所列试剂和水均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。标准滴定溶液,杂质测定用标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备;分析中所用溶液均指水溶液。

I.2 苯乙烯残留的测定

I.2.1 试剂和材料

I.2.1.1 二硫化碳。

I.2.1.2 苯乙烯。

I.2.1.3 α -甲基苯乙烯。

I.2.1.4 冰醋酸。

I.2.1.5 氯化钠。

I.2.1.6 氢氧化钠。

I.2.1.7 无水硫酸钠。

I.2.1.8 甲醇。

I.2.1.9 标准溶液的制备:取二硫化碳 25 mL,放入 100 mL 容量瓶中,塞上橡皮塞,称量,精确至 0.1 mg。用 50 μ L 的注射器分别注入苯乙烯和 α -甲基苯乙烯(AMS)各 15 μ L,每次加入后称量,记录注入液体的质量(mg),苯乙烯的质量为 m_1 ,AMS 为 m_2 。

用二硫化碳定容,混合均匀。吸取该溶液 2 mL,放入第二只 100 mL 容量瓶中,再次用二硫化碳定容后混匀。最后吸取该溶液 25 mL,放入第三只 100 mL 容量瓶中,用二硫化碳定容后混匀。

I.2.1.10 AMS 溶剂液的制备:取二硫化碳 25 mL,放入 100 mL 容量瓶中,塞上橡皮塞,称量,精确至 0.1 mg。用 50 μ L 的注射器注入 AMS 15 μ L,称量,记录所注入 AMS 的质量。用二硫化碳定容,混合均匀。吸取该溶液 2 mL,移入第二只 100 mL 容量瓶中,再用二硫化碳定容后混匀。最后,吸取该溶液 25 mL,移入第三只 100 mL 容量瓶中,用二硫化碳定容后混合。算出每毫升该溶液中 AMS 的质量(g),记作 m_3 (约为 7.5×10^{-7})。

I.2.2 仪器和设备

气相色谱仪:装有氢火焰电离检测器。

I.2.3 分析步骤

I.2.3.1 试样的制备

从试样的角上切取 5 cm \times 7 cm \times 12.5 cm 的试样一片,经隙度约 6 mm 的冷轧机反复颠倒轧压 4 次。从离边缘 2.5 cm 的新暴露的洁净聚合体试样中切取小条约 2 g。精确称取 1.5 g(记为 m_4),放入有聚乙烯盖子的 100 mL 瓶中,加 AMS 溶剂液 25.0 mL,于机械振荡器振摇至完全溶解(如聚合物并不完全溶解,而只是胀润或形成胶黏块,则增加 5 mL~10 mL 二硫化碳,以获得粘稠液体,然后在下一步

中按比例提高甲醇用量),加甲醇 25 mL,加塞,在振荡器上强烈振摇 30 min。当内容物沉降后,取凝聚体 10 mL 放入 30 mL 瓶中加水 10 mL,盖上橡皮塞。强烈振摇 1 min,将瓶子倒转,静置分层,用注射器抽取下层的二硫化碳 1 mL~2 mL,移入约 20 mL 的小瓶,瓶中装有无水硫酸钠层约 6 mm,用聚乙烯盖子塞紧,摇动混合后静置备用。

I.2.3.2 参考色谱条件

I.2.3.2.1 色谱柱:3 m×3 mm(内径)不锈钢管,内填充 25%的聚亚烷基二醇醚,载体为 180 μm~250 μm酸洗并经二甲基二氯硅烷处理的硅藻土或相当的填充材料。

I.2.3.2.2 载气:氮气或氦气。

I.2.3.2.3 柱温:170 °C。

I.2.3.2.4 进样口温度:240 °C。

I.2.3.2.5 检测器温度:250 °C。

I.2.3.2.6 流速:40 mL/min。

I.2.3.2.7 进样量:10 μL。

I.2.3.3 试样溶液的测定

仪器的灵敏度应保证能使苯乙烯和 AMS 有最大的信号和满意的稳定性。测定苯乙烯和 AMS 的峰,记取苯乙烯和 AMS 的峰面积。

用同样方法,注入标准液 10 μL,测定后,记录苯乙烯和 AMS 的峰面积。

I.2.4 结果计算

苯乙烯因子 F 按式(I.1)计算。

$$F = \frac{m_1 \times S_2}{m_2 \times S_1} \dots\dots\dots (I.1)$$

式中:

m_1 ——苯乙烯的质量,单位为毫克(mg);

S_2 ——标准溶液中 AMS 的峰面积;

m_2 ——AMS 的质量,单位为毫克(mg);

S_1 ——标准溶液中苯乙烯的峰面积。

试样中残存苯乙烯的质量分数 ω_1 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(I.2)计算。

$$\omega_1 = \frac{25 \times S_3 \times F \times m_4 \times 10^6}{S_4 \times m_3} \dots\dots\dots (I.2)$$

式中:

25——定容体积;

S_3 ——样液中苯乙烯的峰面积;

F ——苯乙烯因子;

m_4 ——所取试样的质量,单位为克(g);

S_4 ——样液中 AMS 的峰面积;

m_3 ——每毫升 AMS 溶液中 AMS 的质量,单位为克(g)。

I.3 己烷残留的测定

I.3.1 试剂和材料

I.3.1.1 异辛烷(2,2,4 三甲基戊烷):色谱分析级。

I.3.1.2 正壬烷。

I.3.1.3 正己烷。

I.3.1.4 甲醇。

I.3.1.5 内标原液的制备:准确称取正壬烷 150 mg,移入 50 mL 容量瓶中,用异辛烷定容,混合均匀。

I.3.1.6 稀释内标液的制备:吸取内标原液 10.0 mL,放入 100 mL 容量瓶中,用异辛烷定容,混合均匀。吸取此溶液 5.0 mL,移入 250 mL 容量瓶,定容并混合均匀。稀释内标液每毫升含正壬烷 6 μg 。

I.3.1.7 己烷标准液的制备:准确称取正己烷 150 mg,移入 50 mL 容量瓶中,用异辛烷定容后混合均匀。吸取此溶液 1.0 mL,放入 100 mL 容量瓶中,再用异辛烷定容后混合均匀,最后吸取该溶液 10 mL 和内标原液 10 mL,放入 50 mL 容量瓶中,用异辛烷定容,混合均匀。

I.3.2 仪器和设备

气相色谱仪:装有火焰电离检出器和能分离己烷、异辛烷及正壬烷的柱。

I.3.3 分析步骤

I.3.3.1 试样制备

准确称取试样 1.5 g,精确至 0.001 g,放入容量约 110 mL 的瓶中,移入稀释内标液 25 mL,加塞,用机械振荡 16 h。加甲醇 50 mL,强烈摇动 15 min,使聚合物形成沉淀析出。静置至澄清后,将上层水相液轻轻滗入 250 mL 分液漏斗中,用 25 mL 甲醇洗涤聚合物沉淀,洗液同样并入分液漏斗,在分液漏斗中,加冷水 50 mL~75 mL,强烈摇动 1 min,间歇排气泄压,静置分层,放出底层水相。另取冷水 50 mL 重复洗涤异辛烷层,经摇动、分层后,排除底层水相,移取异辛烷层液 10 mL,放入小瓶中供定量分析用。

I.3.3.2 参考色谱条件

I.3.3.2.1 色谱柱:304.8 cm \times 0.476 cm 的不锈钢柱,内填充含 15%二癸基酞酸盐的 180 μm ~250 μm 红色硅藻土。

I.3.3.2.2 载气:氦气。

I.3.3.2.3 柱温:120 $^{\circ}\text{C}$ 。

I.3.3.2.4 进样口温度:240 $^{\circ}\text{C}$ 。

I.3.3.2.5 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

I.3.3.2.6 流速:30 mL/min。

I.3.3.2.7 进样量:5 μL 。

I.3.3.3 试样溶液的测定

用两份己烷标准液进行色谱分析,每份 5 μL 。据此求出己烷和壬烷两峰面积。用同样方法,对两份试液样(每份 5 μL)进行色谱分析,并据此求出己烷和壬烷峰面积。

试液样的己烷和壬烷的峰面积之比(即己烷除以壬烷)不得超过己烷标准液所得的同样比值。

I.4 残留单体的测定

I.4.1 范围

本方法规定了胶基聚合物中残留单体的自动顶空-气相色谱检测方法和阳性试样的气相色谱-质谱联用确认方法。

本方法适用于定量测定丁苯橡胶(SBR)中残留的 1,3-丁二烯和苯乙烯单体,聚异丁烯橡胶中残留的异丁烯,丁基橡胶中残留的异丁烯和异戊二烯,聚醋酸乙烯酯中残留的醋酸乙烯酯。

I.4.2 原理

橡胶溶于1,2-二氯苯中释放出残留单体,在密闭的容器中加热溶液直至液体和顶空之间形成平衡。吸取上部气体进样,经色谱柱分离后,氢火焰离子化检测器检测,并通过外标法进行定量分析。

I.4.3 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的二级水。

I.4.3.1 1,2-二氯苯:色谱级。

I.4.3.2 醋酸乙烯酯:纯度>99%,0℃~4℃下保存。

I.4.3.3 苯乙烯:纯度>99%,0℃~4℃下保存。

I.4.3.4 异戊二烯:纯度>99%,0℃~4℃下保存。

I.4.3.5 1,3-丁二烯:纯度>99.9%,高纯气体。

I.4.3.6 异丁烯:纯度>99.9%,高纯气体。

I.4.3.7 异丁烯或1,3-丁二烯的储备溶液(2 500 mg/L):将20 mL 1,2-二氯苯加入带玻璃塞的25 mL棕色容量瓶,准确测定其质量,精确至0.1mg。用巴氏滴管通过缓慢鼓泡的方法将异丁烯或1,3-丁二烯通入1,2-二氯苯。约30 s后取出滴管,避免在滴管上留下液滴。封好容量瓶,混合并且测定其质量,直到溶液中异丁烯或1,3-丁二烯含量为62.5 mg,精确到0.1 mg。用1,2-二氯苯定容并混匀。标准储备溶液于0℃~4℃低温冰箱密封避光保存,3个月内使用。容器打开两次后该溶液应被丢弃。

I.4.3.8 异戊二烯、醋酸乙烯酯、苯乙烯储备溶液(2 500 mg/L):称量苯乙烯、异戊二烯、醋酸乙烯酯各62.5 mg,精确至0.1 mg,加入含20 mL左右1,2-二氯苯的带玻璃塞25 mL棕色容量瓶,用1,2-二氯苯稀释至刻度,混匀。标准储备溶液于0℃~4℃低温冰箱密封避光保存,3个月内使用。容器打开两次后该溶液应被丢弃。

I.4.3.9 1,3-丁二烯工作溶液(25 mg/L):在25 mL容量瓶中加入24 mL的1,2-二氯苯,加入250 μL的1,3-丁二烯储备溶液。在瓶中加入1,2-二氯苯至刻度,混合。标准储备溶液于0℃~4℃低温冰箱密封避光保存,3个月内使用。容器打开两次后该溶液应被丢弃。

I.4.3.10 标准系列溶液

I.4.3.10.1 异戊二烯、醋酸乙烯酯、苯乙烯和1,3-丁二烯混合标准系列溶液:用1,2-二氯苯将异戊二烯、醋酸乙烯酯、苯乙烯储备溶液和1,3-丁二烯工作溶液稀释,制备的校准溶液应分别含有约10 mg/L、7.5 mg/L、5 mg/L、2.5 mg/L、0.5 mg/L和0.25 mg/L的异戊二烯、醋酸乙烯酯和苯乙烯,1,3-丁二烯溶液的浓度约为0.1 mg/L、0.075 mg/L、0.05 mg/L、0.025 mg/L、0.005 mg/L和0.0025 mg/L。

将标准溶液分成每份5 mL,用顶空试样瓶密封,于0℃~4℃低温冰箱避光保存,3个月内使用。

I.4.3.10.2 异丁烯标准系列溶液的配制:用1,2-二氯苯将异丁烯储备溶液稀释,制备的标准溶液应分别含有约10 mg/L、7.5 mg/L、5 mg/L、2.5 mg/L、0.5 mg/L和0.25 mg/L的异丁烯。将标准溶液分成每份5 mL,用顶空试样瓶密封,于0℃~4℃低温冰箱避光保存,3个月内使用。

I.4.4 仪器和设备

I.4.4.1 气相色谱仪:配火焰离子检测器。

I.4.4.2 自动顶空进样设备。

I.4.4.3 棕色顶空瓶:体积20 mL,配有钳口耐高温(180℃~250℃)的垫子,垫子涂聚四氟乙烯的有机硅。

I.4.4.4 涡旋混合器。

I.4.4.5 微量注射器:250 μL。

I.4.4.6 分析天平:感量为 0.1 mg。

I.4.4.7 气相色谱/质谱联用仪(GC/MS):配有电子轰击源(EI)。

I.4.4.8 棕色容量瓶:25 mL、50 mL。

I.4.4.9 巴氏滴管。

I.4.5 分析步骤

I.4.5.1 试样的制备

切分开大块试样,用多功能刀往复运动从大块试样切下一片 10 cm 厚的橡胶。如有必要,向分割处加一些水以避免由于摩擦而造成温度升高过度。取走 10 cm 厚的试样后,用手术刀从大块试样中心取下用于分析的小块试样。

I.4.5.2 试样的预处理

称取制备好的试样 0.5 g(精确到 1 mg),置入顶空瓶中。加入 5.0 mL 1,2-二氯苯,立即密封顶空瓶。在室温下储存 24 h,使得橡胶充分溶解,待固体完全溶解后进行测定。测定前振摇 1 min 使溶液均匀。振动过程应小心以免溶液弄湿隔垫。

I.4.5.3 顶空条件

I.4.5.3.1 试样平衡温度:135 °C。

I.4.5.3.2 平衡加热时间:20 min。

I.4.5.3.3 振荡频率:500 r/min。

I.4.5.4 参考气相色谱条件

I.4.5.4.1 色谱柱:WCOT 熔融石英柱,25 m × 0.32 mm,固定相为苯乙烯-二乙烯基苯多孔高聚物,膜厚 5 μm,25 m × 0.32 mm × 5 μm,或相当者。

I.4.5.4.2 载气类型:高纯氮气。

I.4.5.4.3 载气流量:3.5 mL/min。

I.4.5.4.4 进样方式:无分流。

I.4.5.4.5 进样口温度:250 °C。

I.4.5.4.6 检测器温度:260 °C。

I.4.5.4.7 柱温程序:初温 50 °C,以 10 °C/min 升到 250 °C,保持 25 min。

I.4.5.5 标准曲线的绘制

取各标准系列溶液根据仪器条件进行测定标准系列溶液的响应峰面积,以响应峰面积为纵坐标,标准系列溶液的浓度为横坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关性系数应不小于 0.996。

I.4.5.6 定性分析

根据各待测组分标准试样的保留时间,与待测试样中组分保留时间进行定性。

I.4.5.7 定量分析

按照仪器条件进行试样的测定,依据测定的响应峰面积,采用外标法进行组分的定量分析。

I.4.6 结果计算

残留单体的质量分数 w_2 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(I.3)计算。

$$w_2 = \frac{c_1 \times (V_1 + V_2)}{m_5} \dots\dots\dots (I.3)$$

式中：

c_1 ——计算出来的溶液中的单体浓度,单位为毫克每升(mg/L)；

V_1 ——1,2-二氯苯的体积,单位为毫升(mL)；

V_2 ——试样的体积,单位为毫升(mL),通过试样的质量 m_5 获得,且设定试样的密度为 1；

m_5 ——称取试样的质量,单位为克(g)。

I.4.7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

I.4.8 确认试验

I.4.8.1 确认极限浓度

残留单体值超过“确认极限”浓度,则采用气相-色谱质谱联用仪确认测定结果。以气相色谱测定的结果为真实值。确认极限浓度见表 I.1。

表 I.1 确认极限浓度

单体	确认极限浓度/(mg/kg)
苯乙烯	20
1,3-丁二烯	0.1
异丁烯	25
异戊二烯	10
醋酸乙烯酯	40

I.4.8.2 确认程序

按试样制备的要求制备新试样溶液。用 HS-GC/MS 系统再次分析试样溶液。仪器条件与分析步骤中描述的条件一致。气相色谱分析期间,质谱全扫描范围为 15 amu~160 amu。将试样溶液和标准溶液再次进行测定。如果试样溶液与标准溶液的总离子流程图中,在相同保留时间有峰出现,则根据定性特征离子对试样中单体进行确认。

资料库中各单体质谱的特征离子及相对丰度见表 I.2。

表 I.2 单体质谱的特征离子及相对丰度

单体名称	离子
醋酸乙烯酯	43 : 86 : 87=100 : 64 : 0.4
苯乙烯	104 : 103 : 78 : 51=100 : 48.4 : 46.4 : 26.8
异戊二烯	67 : 68 : 53 : 51=100 : 64.4 : 62.8 : 13.2
1,3-丁二烯	39 : 54 : 53 : 50=100 : 95.2 : 70.8 : 26.8
异丁烯	41 : 56 : 55 : 53=100 : 44.4 : 16 : 5.2

1.5 苯醌的测定

1.5.1 试剂和材料

1.5.1.1 苯。

1.5.1.2 对苯二酚。

1.5.1.3 碳酸钠溶液:0.05 mol/L。

1.5.1.4 1%二乙醇胺的吡啶溶液。

1.5.1.5 硫酸溶液:15%。

1.5.1.6 2,4-二硝基苯肼溶液:取 2,4-二硝基苯肼 100 mg,溶于 50 mL 脱一氧化碳的甲醇中,加盐酸 4 mL,用水定容至 100 mL。

1.5.1.7 标准溶液的制备:取对苯二酚 25.0 mg,精确至 0.000 1 g,放入 100 mL 容量瓶中,加水溶解,定容至刻度,混匀。分别取该溶液 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 和 6.0 mL,放入 5 只 100 mL 容量瓶中,分别加蒸馏水,定容至刻度,混匀。分别取 5 种溶液各 2.0 mL,放入 5 支 25 mL 的刻度管中,并各加 0.05 mol/L 碳酸钠液 0.5 mL,立即振摇,再加入 15%硫酸 1.0 mL(本操作所用时间不超过 15 s)。然后于每支刻度管中加 2,4-二硝基苯肼溶液 1.0 mL,加塞,于 70 °C 水浴中加热 1 h,冷却至室温,各加水 13 mL 和苯 5.0 mL,加塞后剧烈振摇。待静置分层后,从各刻度管中吸取苯层液 2.0 mL,分别放入两只均盛有 1%二乙醇胺的吡啶液 10 mL 的试管中。振摇后,放置 10 min 显色。

1.5.2 仪器和设备

分光光度计。

1.5.3 分析步骤

1.5.3.1 试样制备

取刚凝固并洗过的试样 30 g,精确至 0.01 g,记为 m_6 。放入 250 mL 烧杯中,加水 100 mL,在 66 °C 下加热 2h。冷却至室温后,取该萃取液 5.0 mL,放入 25 mL 具玻塞刻度管中。取水 5.0 mL 放入另一刻度管中作为空白试样。然后各加入 15%硫酸溶液 1.0 mL。于含有试样萃取液的刻度管中加 0.05 mol/L 碳酸钠 0.5 mL,旋即振摇,再加入 15%硫酸溶液 1.0 mL(本操作所用时间不超过 15 s)。然后于每支刻度管中加 2,4-二硝基苯肼溶液 1.0 mL,加塞,于 70 °C 水浴中加热 1 h,冷却至室温,各加水 13 mL 和苯 5.0 mL,加塞后剧烈振摇。待静置分层后,从各刻度管中吸取苯层液 2.0 mL,分别放入两支均盛有 1%二乙醇胺的吡啶液 10 mL 的试管中。振摇后,放置 10min 使两者显色。

1.5.3.2 标准曲线的制作

用适分光光度计测定在 620 nm 处 1 cm 比色池中测定各标准的吸光度,并根据标准液中对苯二酚的浓度与吸光度之间的关系绘制标准曲线。

1.5.3.3 试样溶液的测定

将试样液盛于 1 cm 比色池中,用适当的分光光度计测定在 620 nm 处的吸光度,以试剂为空白对照。

1.5.4 结果计算

制备标准曲线,依据醌的微克数,标出每种标准制备剂的吸光率。从标准曲线中读取试样配制剂中

醌(苯醌)的质量微克数,记录该值为 m_7 。

试样中醌的质量分数(以苯醌计) ω_3 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(I.4)计算。

$$\omega_3 = \frac{20 \times m_7}{m_6} \dots\dots\dots (I.4)$$

式中:

20 —— 稀释倍数;

m_7 —— 从标准曲线中读取的试样配制剂中醌(苯醌)的质量,单位为微克(μg);

m_6 —— 试样的质量,单位为克(g)。

I.6 锂的测定

I.6.1 原理

采用配有锂空心阴极灯的原子吸收分光光度计,易于测出锂辐射在 670 nm 处的吸收光谱带。

I.6.2 试剂和材料

I.6.2.1 碳酸锂:试剂级。

I.6.2.2 盐酸。

I.6.2.3 标准溶液的制备:在 1 000 mL 容量瓶中加入 399.3 mg 试剂级碳酸锂,精确至 0.000 1 g,在最少量的 1:1 盐酸和水溶液中溶解,用水稀释至容量瓶体积,混合均匀。取 10.0 mL 该溶液至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混合均匀。取上述 10.0 mL 溶液至 100 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混合均匀。100 mL 该溶液含 75 μg 锂。

I.6.3 仪器和设备

I.6.3.1 原子吸收分光光度计:配有锂空心阴极灯。

I.6.3.2 高温炉。

I.6.4 分析步骤

I.6.4.1 试样制备

准确称取 1 g 固体橡胶试样,精确至 0.001 g,用无灰滤纸将其紧紧包裹起来,并置于经称量过的铂金坩埚内。在 100 °C 烘箱中加热 15min 后移入高温炉。在移入试样后,高温炉在 1 h~3 h 程序升温到 500 °C。在达到 500 °C 15 min~20min 后从炉内取出坩埚,并置于干燥器内冷却。使用 1 mL 盐酸和水将坩埚内物质定量转移至 100 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度,混合均匀。

I.6.4.2 试样溶液的测定

通过火焰吸入适量的标准溶液进行测定。用同样的方法,对试样液进行测定。试样溶液产生的任何吸收不能超过标准溶液产生的吸收。

I.7 氯化物的测定

I.7.1 试剂和材料

I.7.1.1 碳酸钙。

I.7.1.2 硝酸溶液:1+9。

I.7.1.3 硝酸银溶液:称取 1g 硝酸银,溶于 50 mL 水中。

I.7.2 分析步骤

称取 0.5 g 试样和 0.7 g 碳酸钙,精确至 0.01 g,移入瓷坩埚中,与少量水混合,在 100 °C 下干燥,然后在大约 600 °C 下加热 10min。冷却后,用 20 mL 硝酸溶液溶解残余物,过滤,用大约 15 mL 水洗涤不溶性残余物,将滤出液和洗涤液混合,加水定容到 50 mL。

对照液:在 20 mL 硝酸溶液中溶解 0.7 g 碳酸钙,过滤,加入 0.20 mL 0.01mol/L 盐酸,加水定容到 50 mL。

分别向试验溶液和对照液中加入 0.5 mL 硝酸银溶液,摇动均匀,静置 5 min 观察澄清度。试验溶液澄清度应至少与对照液一致。

I.8 低分子聚合物的测定

I.8.1 试剂和材料

甲醇。

I.8.2 仪器和设备

真空干燥箱。

I.8.3 分析步骤

准确称量 10 g 聚丁烯,精确至 0.01 g,加入 10 mL 甲醇,在水浴上加热回流 1 h,偶尔摇动;然后在暗处静置 1 h。取上清液于已恒重的蒸发皿中,在 50 °C 干燥箱中干燥至恒重,然后在真空干燥箱中干燥 20 h,试样取出后,在玻璃干燥器中冷却至室温,称量。

I.8.4 结果计算

低分子聚合物的质量分数 w_4 按式(I.5)计算。

$$w_4 = \frac{m_8 - m_9}{m_{10}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(I.5)$$

式中:

m_8 ——干燥后试样与蒸发皿的质量,单位为克(g);

m_9 ——蒸发皿的质量,单位为克(g);

m_{10} ——试样的质量,单位为克(g)。

I.9 挥发物质的测定

I.9.1 范围

本方法规定了测定挥发物质的两种方法:热辊法和烘箱法。

I.9.2 原理

I.9.2.1 热辊法

试样在加热的开炼机上辊压直至所有的挥发物质被赶除,辊压过程中的质量损失即为挥发物质含量。

I.9.2.2 烘箱法

试样在烘箱中干燥至恒重,此过程中的质量损失即为挥发物质含量。

I.9.3 仪器和设备

I.9.3.1 开炼机:应符合 GB/T 6038 中的要求。

I.9.3.2 烘箱:鼓风式,温度控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

I.9.3.3 铝皿或玻璃表面皿:深约 15 mm、直径(或长度)80 mm。

I.9.4 分析步骤

I.9.4.1 热辊法

I.9.4.1.1 按照 GB/T 15340 的规定称取约 250 g 胶样,精确至 0.1g。

I.9.4.1.2 按照 GB/T 6038 规定,用窄铅条将开炼机辊距调节至 $0.25\text{ mm}\pm 0.05\text{ mm}$,辊筒表面温度保持在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

I.9.4.1.3 将已称量的试样在开炼机上反复通过 4 min,不允许试样包辊,并小心操作以防试样损失,称量试样质量,精确至 0.1 g。再将试样在开炼机上通过 2 min,要求同前,再称量试样的质量。如果在 4 min末和 6 min末,试样质量之差小于 0.1 g,可计算挥发物质含量;否则,将试样在开炼机上再通过 2 min,直至连续两次称量之差小于 0.1 g,每次称量之前,应使试样在干燥器中冷却至室温。

I.9.4.2 烘箱法

I.9.4.2.1 直接从试样中取约 10 g 试样,手工剪成约 $2\text{ mm}\times 2\text{ mm}\times 2\text{ mm}$ 的小块,置于玻璃表面皿或铝皿中称量,精确到 1 mg。

I.9.4.2.2 将称量后的试样放入烘箱中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥(聚乙烯干燥 45 min,聚异丁烯干燥 2 h,异丁烯-异戊二烯共聚物干燥 1h),干燥的过程中应打开鼓风;取出试样,放入干燥器中冷却至室温后称量;再将试样干燥 30 min,取出试样,放入干燥器中冷却至室温后称量,如此反复,直到连续两次称量值之差不大于 1mg。

I.9.4.2.3 结果计算

挥发物质的质量分数 w_5 按式(I.6)计算。

$$w_5 = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(I.6)$$

式中:

m_{11} ——辊压/干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_{12} ——辊压/干燥后试样的质量,单位为克(g)。

I.10 总不饱和度的测定

I.10.1 试剂和材料

I.10.1.1 四氯化碳。

I.10.1.2 溴化碘溶液(0.1 mol/L):准备好洗净干燥的 5 L 棕色试剂瓶,10 瓶 500 mL 的四氯化碳溶液。先在棕色试剂瓶中加入 1 000 mL 四氯化碳,从冰箱中取出溴化碘(100 g/瓶),开瓶后直接倒入 5 L 棕色试剂瓶中,溴化碘试剂瓶倒入适量的四氯化碳,溶解剩余的溴化碘,转移至 5 L 棕色试剂瓶中,重复多次直到将试剂瓶中的溴化碘全部转移至 5 L 棕色试剂瓶中,加入适量的四氯化碳,盖上瓶盖摇晃,待溴

化碘全部溶解后,将剩余的四氯化碳加入 5 L 棕色试剂瓶中,用玻璃棒搅拌均匀。避光静置一个月,待用。

I.10.1.3 碘化钾溶液(10%):用天平称取 50g 分析纯的碘化钾固体于 400 mL 烧杯中,用量筒量取 450 mL 蒸馏水,溶解并全部转移至 500 mL 棕色试剂瓶中,待用。

I.10.1.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.1 mol/L。

I.10.1.5 淀粉指示剂(0.5%):称取 2.5g 淀粉放入 50 mL 烧杯,量取 500 mL 蒸馏水,先用数滴把淀粉调至成糊状,再取约 400 mL 水在电炉上加热至微沸时,倒入糊状淀粉,再用剩余蒸馏水冲洗 50 mL 烧杯 3 次,洗液倒入烧杯,然后微沸 3 min。淀粉指示剂存放不能超过两周。

I.10.2 仪器和设备

I.10.2.1 恒温水浴锅。

I.10.2.2 恒温水浴振荡器。

I.10.3 分析步骤

称取 0.500 g 丁基橡胶试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 碘量瓶中,用量筒量取 50 mL 四氯化碳溶液,加入碘量瓶中,放置于恒温水浴振荡器上,转速 100 r/min,温度 25 °C,振荡 2 h。用移液管准确移取 10 mL 0.1mol/L 溴化碘溶液于已溶胶的碘量瓶中,摇匀,恒温水浴锅中 25 °C 避光放置 0.5 h(反应时间严格控制在 0.5 h,时间太短,加成不完全,时间太长,会发生取代等副反应)。用量筒量取 10 mL 10%的碘化钾溶液,加入已到反应时间的碘量瓶中,摇匀,直接滴定。用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液滴定,临近终点时,溶液上层呈淡黄色,下层呈浅粉色,然后加入 5 mL 0.5%的淀粉指示剂,继而滴定至蓝色消失即为终点。

同样进行空白试验。

I.10.4 结果计算

碘值 I 以每 100 g 样品吸收碘的克数(g/100 g)计,按式(I.7)计算。

$$I = \frac{c_2 \times (V_3 - V_4) \times 12.69}{m_{13}} \quad \dots\dots\dots (I.7)$$

式中:

c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的物质的量的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——滴定空白溶液所需硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定试样溶液所需硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_{13} ——试样的质量,单位为克(g);

12.69 ——碘相对原子质量经单位换算所得的数值。

试验分析结果以两次重复测定的算术平均值为准,在重复性条件下两次测定结果的差值不应大于 0.2 g/100 g。

试样总不饱和度 X 以摩尔分数计,按式(I.8)计算。

$$X = \frac{I \times M_1}{126.9 \times 3} \quad \dots\dots\dots (I.8)$$

式中:

M_1 ——丁基橡胶单体的平均相对分子质量,其典型值为 56.393;

126.9 ——碘相对原子质量的数值;

3 ——碘与丁基橡胶分子链上的双键进行立体网状加成,一个双键消耗 3 个碘原子。

试验分析结果以两次重复测定的算术平均值为准,在重复性条件下两次测定结果的差值不应大于 0.02。

I.11 醋酸乙烯酯-月桂酸乙烯酯共聚物游离乙酸的测定

I.11.1 试剂和材料

I.11.1.1 正十四烷。

I.11.1.2 四氢呋喃溶液。

I.11.1.3 溶液制备:100 mg/kg 正十四烷(内标物)的四氢呋喃溶液。精确称量醋酸乙烯酯-月桂酸乙烯酯共聚物 200 mg,溶于 2 000 mg 的四氢呋喃溶液(以 100 mg/kg 的正十四烷为内标物)中,室温 20 °C 条件下,用磁力棒搅拌约 15 min,用小型离心机进行分离,将上清液倒入 2 mL 的气相色谱专用进样瓶中,直接进样。

I.11.2 仪器和设备

I.11.2.1 气相色谱仪:带自动进样器。

I.11.2.2 磁力搅拌器。

I.11.3 分析步骤

I.11.3.1 仪器参考条件

带自动进样器的气相色谱仪,参考条件见表 I.3。

表 I.3 气相色谱仪参考条件

项目	条件
进样温度	180 °C
进样体积	1 μL
分流模式	1 : 20(流速 20 mL/min)
载气	氦气
色谱柱	25 m×0.25 mm×0.25 μm,最高温度 280 °C,固定相:硝基对苯二酸改性的聚乙二醇
流动模式	持续流动 1 mL/min
色谱炉	100 °C 加热 10 min,加热速率 30 °C/min,最终温度 200 °C,加热 1 min
检测器	FID 300 °C,空气:450 mL/min,氢气:45 mL/min
注:进样温度不超过 180 °C~200 °C,以避免聚醋酸乙烯在进样器中发生热解而产生额外的乙酸。	

I.11.3.2 标准曲线的制作

分别配制 5 mg/kg、10 mg/kg、100 mg/kg、500 mg/kg、1 000 mg/kg 乙酸的四氢呋喃溶液(以 100 mg/kg 的正十四烷为内标物),并据气相色谱所测结果创建标准曲线。

此标准曲线每周应以已知乙酸浓度的四氢呋喃溶液(以 100 mg/kg 的正十四烷为内标物)进行校准,若偏差大于 5%,应及时配制新的标准曲线。

I.11.4 结果计算

游离乙酸的质量分数 w_6 ,按式(I.9)计算。

$$w_6 = \frac{w_7}{1\ 000 \times w_8} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(I.9)$$

式中：

w_7 ——由标准曲线读取的试样溶液中游离乙酸的质量分数，单位为毫克每千克(mg/kg)；

1 000——单位换算系数(g 转换成 kg)；

w_8 ——试样溶液中醋酸乙烯酯-月桂酸乙烯酯共聚物的质量分数，单位为毫克每克(mg/g)。

I.12 残留醋酸乙烯酯单体的测定

I.12.1 试剂和材料

I.12.1.1 含 5 mg/kg 乙醚(内标物)的 *N-N*-二甲基乙酰胺溶液。

I.12.1.2 试样的氮-氮-二甲基乙酰胺溶液(以 5 mg/kg 的乙醚为内标物)，试样的质量浓度范围可从 5%~40%不等。

I.12.1.3 高纯空气、高纯氮气、高纯氢气。

I.12.2 仪器和设备

I.12.2.1 气相色谱仪(带 16 位自动顶空进样器)。

I.12.2.2 火焰离子化检测器。

I.12.3 分析步骤

I.12.3.1 仪器参考条件

I.12.3.1.1 毛细管柱:30 m×0.53 mm×3.0 μ m,固定相:6%氰丙基苯基,94%二甲基聚硅氧烷。

I.12.3.1.2 气相色谱仪设置见表 I.4。

表 I.4 气相色谱仪参数

进样温度初值 ℃	载气压力初值 kPa	分流流量 mL/min	FID 温度 ℃	空气流量 mL/min	氢气流量 mL/min
150	20.7	4	200	450	45

I.12.3.1.3 柱箱程序升温设置见表 I.5。

表 I.5 柱箱程序升温参数

多阶升温	温度/℃	时间/min	速率/(℃/min)
初值	65	6.00	30.0
2 阶	150	10.00	END

I.12.3.1.4 顶空进样器参数设置见表 I.6。

表 I.6 顶空进样器参数

载气压力/kPa	取样针温度/℃	传输线温度/℃	炉温/℃
89.6	90	110	70

I.12.3.2 标准曲线的制作

在 0.25 mg/kg~5 mg/kg 区间内,配制至少 4 个含不同浓度梯度的醋酸乙烯酯的 *N-N*-二甲基乙酰胺标准液,并据所测结果创建标准曲线,以醋酸乙烯酯的浓度为横坐标,醋酸乙烯酯与内标物的峰面积比值为纵坐标。标准曲线的线性回归系数不小于 0.99。

I.12.3.3 试样的测定

测量模式、色谱柱的选择、色谱柱的温度、进样器和检测器等的选择和参数设定,请参照上述仪器的参数和设置。重复多次进样时,醋酸乙烯酯响应峰值的标准差不大于 5%,醋酸乙烯酯与其他物质的峰分辨率不小于 1.0。创建标准曲线和实测试样时,所用溶液的量应当保持一致。

I.12.4 结果计算

试样醋酸乙烯酯单体的质量分数 w_9 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(I.10)计算。

$$w_9 = \frac{w_{10}}{w_{11}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (I.10)$$

式中:

- w_{10} ——由标准曲线读取的试样溶液中醋酸乙烯酯单体的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);
- w_{11} ——试样溶液中聚醋酸乙烯酯/醋酸乙烯酯-月桂酸乙烯酯共聚物的质量分数,单位为毫克每克(mg/g);
- 1 000 ——单位换算系数(g 转换成 mg)。

I.13 溶剂残留的测定

I.13.1 范围

本方法适用于萜烯树脂。

I.13.2 一般信息

I.13.2.1 标准溶液在冰箱内储存一个月可保持稳定。

I.13.2.2 试样溶液必须在制备当天分析。

I.13.3 试剂和材料

I.13.3.1 己烷:色谱纯。

I.13.3.2 甲苯:>99%,分析纯或更高。

I.13.3.3 甲醇:色谱纯。

I.13.3.4 乙苯:>99%,分析纯或更高。

I.13.3.5 *m*-二甲苯:>99%,分析纯或更高。

I.13.3.6 *p*-二甲苯:>99%,分析纯或更高。

I.13.3.7 *o*-二甲苯:>98%,分析纯或更高。

I.13.3.8 标准溶液的制备

I.13.3.8.1 己烷/甲醇(40+60):用 100 mL 量筒量取 40 mL 己烷,并转移至 150 mL(或 250 mL)烧杯中。再用量筒量取 60 mL 甲醇,并转移至盛有己烷的烧杯。彻底混合并适当储存。

I.13.3.8.2 储存标准液 A_1 :使用大的球形移液管,加入一滴甲苯、乙苯、*o*-二甲苯至 250 mL 容量瓶。

并记录每滴的质量；使用延伸细头移液管，加一滴 *m*-二甲苯和 *p*-二甲苯至上述容量瓶。记录每滴的质量，为计算的目的，合并 *m*-二甲苯和 *p*-二甲苯的质量。用己烷稀释至刻度，混合均匀。

I.13.3.8.3 工作标准液 A₂：吸取 10.0 mL 储存标准液 A₁ 至 25 mL 容量瓶，用己烷稀释至刻度，混合均匀。

I.13.3.8.4 工作标准液 A₃：吸取 5.0 mL 储存标准液 A₁ 至 25 mL 容量瓶，用己烷稀释至刻度，混合均匀。

I.13.3.8.5 工作标准液 A₄：吸取 1.0 mL 储存标准液 A₁ 至 25 mL 容量瓶，用己烷稀释至刻度，混合均匀。

I.13.4 仪器和设备

I.13.4.1 气相色谱仪，具备快速气相色谱能力，分流/分流进口，火焰离子检测器和自动取样器。

I.13.4.2 色谱柱：非极性柱，40 m×0.18 mm×0.4 μm，固定相：二甲基聚硅氧烷。

I.13.4.3 分流进口衬垫：玻璃棉，未活化。

I.13.4.4 过滤膜：0.2 μm PTFE。

I.13.5 分析步骤

I.13.5.1 试样制备

称取 0.6 g 试样，精确至 0.000 1 g，至 10 mL 容量瓶中，并记录质量（将试样质量乘以一个系数 $F=40$ ，便于气相色谱计算）。此步骤将试样质量(g)转换成浓度(mg/mL)。加入 7 mL 己烷，超声振荡 20 min~30 min 或混匀直至试样溶解，冷却溶液至室温。用己烷稀释至刻度，混合均匀。

将 3.0 mL 甲醇移至 15 mL 离心管。移取 2.0 mL 试样的己烷溶液至上述含甲醇的 15 mL 离心管，手动振荡混合溶液，4 200 r/min 离心约 7 min，用 0.2 μm PTFE 滤膜过滤溶液。

注：溶液可能会分层。如果溶液分离，则使用最大体积的层。

I.13.5.2 仪器参数

I.13.5.2.1 烘箱

平衡时间 3.00 min；初始温度 70 °C；初始时间 2.00 min；后续温度 290 °C；后续时间 5.00 min；运行时间 16.56 min。升温梯度见表 I.7。

表 I.7 烘箱升温梯度

梯度	速率/(°C/min)	最终温度/°C	保持时间/min
1	13.68	200	1.10
2	36.49	240	2.86

I.13.5.2.2 进样口

模式：分流；分流比：10：1；进样口温度：250 °C。

I.13.5.2.3 进样器

进样体积 1.0 μL；预洗 3 次；试样清洗 3 次；后续清洗 3 次；清洗溶液：己烷：甲醇 = 40：60。

I.13.5.2.4 柱

载气：氦；流速：1.4 mL/min。

I.13.5.2.5 火焰离子检测器

温度 300 ℃；氢气流速 30.0 mL/min；空气流速 400.0 mL/min；补偿气流速(氮) 25.0 mL/min。

I.13.5.2.6 信号

零点关闭；范围 0；快速峰关闭；衰减 0。

I.13.5.3 系统适用性

I.13.5.3.1 40/60 (体积比)的己烷/甲醇空白溶液首先进样以测定系统条件,检查干扰峰。

I.13.5.3.2 工作标准液 A₂ 进样 4 次。乙苯用于系统适用性。RSD 不大于 2%。

I.13.5.3.3 所有工作标准液 A₁~A₄ 进样一次。进行线性回归分析,计算标准曲线的相关系数 R₂。

I.13.5.3.4 标准曲线的相关系数 R₂ 必须大于或等于 0.999。

I.13.5.4 操作

按以上气相色谱条件进行色谱分析,包括空白(如有必要)标准液和试样液。

I.13.6 结果计算

I.13.6.1 定量结果应根据峰高度计算

试样浓度 c₃ 以毫克每毫升(mg/mL)计,按式(I.11)计算。

$$c_3 = 40 \times m_{14} \quad \dots\dots\dots(I.11)$$

式中:

40 ——稀释因子;

m₁₄ ——试样的质量,单位为克(g)。

标准浓度 c₄ 以毫克每毫升(mg/mL)计,按式(I.12)计算。

$$c_4 = \frac{1\ 000 \times m_{15} \times \omega_{12} \times V_5}{250 \times V_6} \quad \dots\dots\dots(I.12)$$

式中:

1 000——单位换算系数;

m₁₅ ——标准的质量,单位为克(g);

ω₁₂ ——标准的纯度;

V₅ ——储存标准液的体积,单位为毫升(mL);

250 ——稀释倍数;

V₆ ——工作标准液的体积,单位为毫升(mL)。

I.13.6.2 分析物含量计算

分析物质量分数 ω₁₃ 以百分含量(%)计,按式(I.13)计算。

$$\omega_{13} = \frac{c_4 \times h_1}{c_3 \times h_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(I.13)$$

式中:

c₄ ——标准的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

h₁ ——试样峰的高度,pA;

c₃ ——试样的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

h₂ ——标准峰的高度,pA。

I.13.6.3 采用回归分析计算分析物含量

分析物质量分数(回归分析) w_{14} 按式(I.14)计算。

$$w_{14} = \frac{c_5}{c_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (I.14)$$

式中:

c_5 ——回归分析得到的分析物的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

c_3 ——试样的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

I.14 合成树脂(包括萜烯树脂)皂化值的测定

I.14.1 试剂和材料

I.14.1.1 乙醇:95%。

I.14.1.2 氢氧化钾-乙醇溶液:浓度为 $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ 。

I.14.1.3 盐酸标准滴定溶液:浓度为 $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 。

I.14.1.4 苯醇混合液:苯和乙醇体积比 2:1 混合。

I.14.1.5 酚酞指示液:10g/L。

I.14.2 分析步骤

称取 2 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 磨口锥形瓶中,先加入 25 mL 苯醇 2:1 混合液溶解,再加入 25 mL 氢氧化钾-乙醇溶液。连接冷凝管到锥形瓶上,回流至试样完全皂化(通常 30 min),冷却到室温,用 30 mL 中性乙醇淋洗冷凝管。加 2 滴~3 滴酚酞指示剂,用 0.1 mol/L 盐酸滴定至溶液的红色刚刚消失即为终点,记录消耗盐酸的体积。

同时做空白试验。

I.14.3 结果计算

试样皂化值(以 KOH 计) w_{15} 以毫克每克(mg/g)计,按式(I.15)计算。

$$w_{15} = \frac{c_6 \times (V_7 - V_8) \times M_2}{m_{16}} \quad \dots\dots\dots (I.15)$$

式中:

c_6 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每毫升(mol/L);

V_7 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_8 ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_2 ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M_2(\text{KOH})=56.109$];

m_{16} ——试样的质量,单位为克(g)。

I.15 聚醋酸乙烯酯游离乙酸的测定

I.15.1 试剂和材料

I.15.1.1 氢氧化钾。

I.15.1.2 无水乙醇。

I.15.1.3 邻苯二甲酸氢钾。

I.15.1.4 酚酞指示液。

I.15.1.5 苯。

I.15.1.6 标准溶液的制备:氢氧化钾标准溶液(0.05 mol/L):称取氢氧化钾 3.50 g 溶于 100 mL 水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

I.15.2 分析步骤

I.15.2.1 氢氧化钾标准溶液(0.05 mol/L)的标定

称取 110 °C~120 °C 条件下,烘至恒重(约 2 h)的邻苯二甲酸氢钾 0.30 g~0.35 g,溶解于 50 mL~60 mL 水中,加热溶解,冷却后加酚酞指示液 2 滴~3 滴,用 0.05 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液滴定至微红色为终点。同时做空白试验。

I.15.2.2 试样的测定

称取 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 60 mL 苯和乙醇的混合溶液(苯和乙醇的体积比为 35:30)溶解试样,加入 2 滴~3 滴酚酞指示液,用 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液滴定至淡红色保持 30 s 不褪色。同时做空白试验。

I.15.3 结果计算

氢氧化钾标准溶液的浓度 c_7 以摩尔每升(mol/L)计,按式(I.16)计算。

$$c_7 = \frac{m_{17} \times 1\,000}{(V_9 - V_{10}) \times M_3} \quad \dots\dots\dots(I.16)$$

式中:

m_{17} ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

1 000 ——单位换算系数(mL 转换为 L);

V_9 ——氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{10} ——空白试验氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_3 ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

试样游离乙酸的质量分数 w_{16} 以百分含量(%)计,按式(I.17)计算。

$$w_{16} = \frac{c_7 \times (V_{11} - V_{12}) \times 60.00}{1\,000 \times m_{18}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(I.17)$$

式中:

c_7 ——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{11} ——滴定试样耗去氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{12} ——滴定空白耗去氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

60.00 ——乙酸(CH₃COOH)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{CH}_3\text{COOH})=60.00$];

1 000 ——单位换算系数(mL 转换为 L);

m_{18} ——试样的质量,单位为克(g)。

I.16 小烛树蜡皂化值的测定

I.16.1 试剂和材料

I.16.1.1 乙醇:95%。

I.16.1.2 氢氧化钾-乙醇溶液: $c(\text{KOH})=0.5$ mol/L。

I.16.1.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5$ mol/L。

I.16.1.4 酚酞指示液:10 g/L。

I.16.2 分析步骤

称取 2 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 磨口锥形瓶中。加入 50 mL 氢氧化钾乙醇溶液。连接冷凝管,加热回流 1 h,稍冷后用 10 mL 中性乙醇淋洗冷凝管,取下锥形瓶,加入 5 滴酚酞指示液,用 0.5 mol/L 盐酸标准滴定溶液滴定至溶液的红色刚刚消失,加热试液至沸。若出现粉红色,继续滴定至红色消失即为终点。

在测定的同时,用等量的氢氧化钾乙醇溶液做空白试验。

I.16.3 结果计算

皂化值(以 KOH 计) ω_{17} 以毫克每克(mg/g)计,按式(I.18)计算。

$$\omega_{17} = \frac{c_8 \times (V_{13} - V_{14}) \times M_4}{m_{19}} \dots\dots\dots (I.18)$$

式中:

c_8 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{13} ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{14} ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_4 ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M_4(\text{KOH}) = 56.109$];

m_{19} ——试样的质量,单位为克(g)。

I.17 灼烧残渣的测定

I.17.1 试剂和材料

硫酸。

I.17.2 仪器和设备

I.17.2.1 坩埚。

I.17.2.2 高温炉:可控温度 800 °C ± 25 °C。

I.17.3 分析步骤

取试样 0.5g,精确至 0.000 1 g,置已灼灼至恒重的坩埚中(如供试品分子中含有碱金属或氟元素,则应使用铂坩埚),缓缓灼灼至完全炭化,放冷。加硫酸 0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在 700 °C~800 °C 灼灼使完全灰化,移置干燥器内,放冷,精密称量后,再在 700 °C~800 °C 灼灼至恒重。

I.17.4 结果计算

试样灼烧残渣的质量分数 ω_{18} 按式(I.19)计算。

$$\omega_{18} = \frac{m_{21} - m_{20}}{m_{22}} \times 100\% \dots\dots\dots (I.19)$$

式中:

m_{21} ——坩埚加残渣的质量,单位为克(g);

m_{20} ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m_{22} ——试样的质量,单位为克(g)。

I.18 三乙酸甘油酯含量的测定

I.18.1 试剂和材料

I.18.1.1 氢氧化钾乙醇溶液： $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

I.18.1.2 酚酞： 10 g/L 。

I.18.1.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

I.18.2 分析步骤

称取 1 g 试样，精确至 0.0001 g ，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 氢氧化钾乙醇溶液，在水浴（ $98 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ）中加热回流 1 h ，冷却。以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至终点。同时做空白试验。

I.18.3 结果计算

三乙酸甘油酯的质量分数 w_{19} 按式(I.20)计算。

$$w_{19} = \frac{c_9 \times (V_{15} - V_{16}) \times 0.07274}{m_{23}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{I.20})$$

式中：

c_9 ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_{15} ——空白消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{16} ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.07274 —— 1.00 mL 的 1.000 mol/L 盐酸标准滴定溶液相当于三乙酸甘油酯质量的数值，单位为克(g)；

m_{23} ——试样的质量，单位为克(g)。

I.19 硬脂酸盐含量测定

I.19.1 试剂和材料

I.19.1.1 硫酸滴定液： 0.05 mol/L 。

I.19.1.2 氢氧化钠滴定液： 0.1 mol/L 。

I.19.1.3 甲基橙指示剂。

I.19.2 仪器和设备

I.19.2.1 300 mL 锥形瓶。

I.19.2.2 水浴锅。

I.19.3 分析步骤

称取 0.5 g 已干燥试样（ $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 1.5 h ，恒重），精确至 0.0001 g ，至 300 mL 锥形瓶中，精确加入 50.0 mL （ 0.05 mol/L ）硫酸滴定液，煮沸至油层澄清，继续加热 10 min ，冷却，过滤后加甲基橙指示剂 $1 \text{ 滴} \sim 2 \text{ 滴}$ ，用氢氧化钠滴定液（ 0.1 mol/L ）滴定至终点。

I.19.4 结果计算

硬脂酸盐的质量分数 w_{20} 按式(I.21)计算。

$$\omega_{20} = \frac{(50 \times c_{10} - V_{17} \times c_{11}) \times M}{m_{24}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (I.21)$$

式中：

- 50 ——加入的硫酸滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_{10} ——硫酸滴定液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_{17} ——滴定消耗氢氧化钠滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_{11} ——氢氧化钠滴定液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 $[(1/2H_2SO_4)=0.05 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的硬脂酸盐质量的数值。其中硬脂酸钠为 0.306 5,硬脂酸钾为 0.322 5;
- m_{24} ——试样的质量,单位为克(g)。

I.20 酸价、碘值测定的试样处理

取 25 g 试样溶于 300 mL 热水中,加入 60 mL 的 4 mol/L 硫酸,加热并搅拌,直至分离出透明的脂肪酸层。反复用沸水清洗脂肪酸至不含硫酸盐。将脂肪酸收集到烧杯中,在水浴上加热至水层澄清,脂肪酸变透明。冷却,除掉水层,将脂肪酸熔化,趁热过滤到干燥烧杯中,在 105 °C 下干燥 20 min,备用。