



标准编号：ASTM D 3421-75

推荐的标准操作：从氯乙烯塑料中萃取及测定增塑剂混合物

本标准以固定编号 D 3421 发行，编号后紧跟的数字为首次通过的年份；或者，当有修订时，为最近一次修订的年份。括号的数字则表示最近一次重新批准的年份。

1. 范围

1.1 本推荐操作方法中包括在（聚）氯乙烯中所使用的增塑剂混合物的单体及聚合体成分的分离及测定程序；它为分析成分中含有的邻苯二甲酸二辛酯（DOP）和一种或多种同类的聚酯增塑剂提供了方法，还可以被扩展应用到 DOP 之外的含有简单的邻苯二甲酸酯的增塑剂混合物。

备注 1：以 SI 单位制表述的值均为标准值。

2. 引用文件

2.1 ASTM 标准：

ASTM D 494 《采用丙酮萃取酚醛成型或层压产品的试验》

ASTM E 260 《一般气相色谱程序推荐的操作程序》

3. 重要性

3.1 热塑化合物中使用的成份的分离及鉴别经常被要求与组份的性能属性结合起来，并在结构控制程序的设计中被要求。

3.2 本方法避免了完全溶解于溶剂中如四氯呋喃的成份中的大分子聚合材料的不完全沉淀造成的困难。

4. 仪器

4.1 样品量较少时（大约为 1g），半微型索氏萃取器就足够了；这些可以同纸套筒一起使用，或同玻璃外壳一起使用。Wiley-Richardson 设备（方法 D 494）很实用，且由于样品包被完全浸入溶剂蒸汽中，缩短了萃取的时间。这种设备必须改进以免让溶剂蒸汽与金属部件的接触。所有的玻璃萃取器均有一个护套使溶剂蒸汽能够环绕着圆筒。

5. 试剂

5.1 四氯化碳，试剂等级。

5.2 氯仿，试剂等级。

备注 2：注意-四氯化碳和氯仿均有剧毒，操作时需要特别小心，最好在一个有效的通风橱内进行，可以避免吸入蒸汽。

5.3 甲醇，试剂等级。

6. 样品制备

6.1 将样品用 Wiley 塑料研磨机中研磨成 20 目大小。如果没有 Wiley 研磨机，从厚度为 0.6 到 2 mm 的塑料薄片上剪下 5*5 mm 的小块能得到比较理想的结果。

版权所有，不得以任何非法形式复印或发布！

联系人：piery2006 电话：0769-85935656 转 8034 手机：13412426449

Mail to piery2006@163.com

6.2 当有足够量的样品时，样品量最好为 5 g。

7. 程序

7.1 将 1 至 5 g 制备好的样品放入预先称量好（精确到 0.0001 g）的纸套筒或是玻璃/陶瓷萃取杯中，并称量此组件精确到 0.0001 g。将组件放入索氏萃取圆筒中。

7.2 将冷凝器装到萃取圆筒上，并利用 2: 1 体积混合的四氯化碳和甲醇萃取 16 小时。

7.3 冷却萃取溶液并通过滤纸过滤到锥形瓶中，并用萃取溶剂混合液少量多次冲洗滤纸。

7.4 在蒸汽浴中将溶剂蒸发至稳定残渣重量；称量残渣重量并精确至 0.0001 g。

7.5 采用气相色谱法测定 DOP（见 E 260 推荐的操作）。

7.5.1 当由单体构成 DOP 时，合适的测定单体含量的气相色谱条件的一般信息如下。恒温程序和程序升温模式被使用。

色谱柱：1.8m×3.18mm（6 英尺×1/8 英寸），填料为 10% SE-30 on Chromosorb W 或 Diatoport S。

温度：265 至 280°C（等温变化，265°C 时峰的分辨率最佳）从 50°C 以 10°C/分程序升温至 330。

进样量：1μl

载气：氦气，气压为 3.45MPa（50psi），流速为 60cm³/分

检测器：火焰离子化检测器

检测器温度：320°C

进样口温度：350°C

内标：邻苯二甲酸二丁酯（DBP）

7.5.2 定量将残渣（7.4）转移至 100 ml 容量瓶中，使用氯仿作为溶剂。称取 1.5 g DBP（纯度大于 99%），精确至 0.0001 g，并将 DBP 放入容量瓶中。利用氯仿稀释至体积并充分混合。使用 7.5.1 中给定的参数获得此溶液的色谱图。

8. 校正

8.1 DOP 的校正因子：在装有约 50 ml 氯仿的 100 ml 容量瓶中，称取 1.5 g 已知纯度的 DOP 和 1.5 g 已知纯度的 DBP（称量时均精确至 0.0001 g）。用氯仿稀释至体积并充分混合。使用 7.5.1 中给定的参数获得此溶液的色谱图。

DOP 的校正因子 = $(A)(B)(C)/(D)(E)(G)$

上式中：

A 为 DOP 的重量，单位为 g

B 为 DOP 的纯度

C 为 DBP 的峰面积

D 为 DBP 的重量，单位为 g

E 为 DBP 的纯度

G 为 DOP 的峰面积

9. 计算

9.1 计算添加的增塑剂的总百分率（TPA）公式如下：

TPA (%) = $[R/S (A - C)] \times 100$

上式中：

R 为残渣的重量

S 为样品的重量

A 为组件的重量

C 为杯子的重量

9.2 计算 DOP 的百分率公式如下：

DOP 重量百分率 (%) = $(X)(Y)(Z)/(X')(Z')$

上式中：

X 为 DOP 的峰面积

Y 为 DBP 的重量，单位为 g

Z 为 DOP 的校正因子

X' 为 DBP 的峰面积

Z' 为 7.1 中样品的重量

9.3 通过差量计算聚合体的百分数。

备注 3：由此程序获得的总的萃取物，除了单体和聚合体增塑剂之外，还由稳定剂如亚磷酸芳基酯和润滑剂组成，它们在一定程度上存在于并溶于萃取溶剂中，当在气相色谱图中观测到这些物质相应的峰时，聚合体增塑剂的量应作适当的修正。

版权所有，不得以任何非法形式复印或发布！

联系人：piery2006 电话：0769-85935656 转 8034 手机：13412426449

Mail to piery2006@163.com

10. 报告

10.1 报告应包含以下内容:

10.1.1 分析的样品数量

10.1.2 单体增塑剂的百分率 (例如: DOP)

10.1.3 总的增塑剂百分率

10.1.4 聚合物增塑剂的百分率

10.1.5 单体增塑剂的测量范围及总的增塑剂的
测量范围

10.1.6 单体及总的增塑剂的标准方差或误差

10.1.7 其它非增塑剂的色谱峰的存在

11. 精确度和准确度

联合测试获得以下典型测量值:

变化范围

DOP 从理论上: -6, +3.8%

总的增塑剂从理论上: -4.1, +5.7%

DOP 平均测量值: ±3.3%

总的增塑剂平均测量值: -4.1, +5.7%