

T/CNLIC 0204—2025
T/AQSPMK 0015—2025

中国轻工业联合会
昆山市高分子材料质量与标准化协会
团体标准

人造革合成革再制造 第3部分：
回收对苯二甲酸（PTA）再造对苯二甲酸
二丁酯（DBTP）

T/CNLIC 0204—2025

T/AQSPMK 0015—2025

*

中国轻工业出版社出版发行

地址：北京鲁谷东街5号

邮政编码：100040

发行电话：(010)85119832

网址：<http://www.chlip.com.cn>

Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化研究所编辑

地址：北京西城区月坛北小街6号院

邮政编码：100037

电话：(010)68049923

*

版权所有 侵权必究

书号：155019·7044

印数：1—200册 定价：53.00元

团 体 标 准

T/CNLIC 0204—2025
T/AQSPMK 0015—2025

人造革合成革再制造 第 3 部分： 回收对苯二甲酸（PTA）再造对苯二甲酸二 丁酯（DBTP）

Reproduce for leatherette — Part 3: Recycled terephthalic acid (PTA) to
manufacture dibutyl terephthalate (DBTP)

2025-06-16 发布

2025-06-16 实施

中国轻工业联合会
昆山市高分子材料质量与标准化协会

发布

目 次

前言	II
引言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 DBTP 原材料	2
5 DBTP 技术要求	2
6 DBTP 试验方法	2
7 DBTP 检验规则	3
8 DBTP 标志、包装、运输和贮存	4
附录 A（规范性） PTA 技术要求和试验方法	5
附录 B（规范性） 纯度的测定方法	7
附录 C（规范性） 邻苯二甲酸酯含量的测定（GC-MS 法）	10
附录 D（规范性） 标准曲线的绘制	15

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是《人造革合成革再制造》的第3部分。《人造革合成革再制造》已经发布以下部分：

——第1部分：合成革用再生聚氨酯浆料。

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。

本文件由中国轻工业联合会和昆山市高分子材料质量与标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：四川大学、山东成武易信环保科技有限公司、昆山阿基里斯新材料科技有限公司、轻工业标准化研究所、昆山阿喀斯检测科技服务有限公司、昆山协孚新材料股份有限公司、浙江德美博士达高分子材料有限公司、苏州瑞高新材料股份有限公司、苏州贝斯特装饰新材料有限公司、昆山市高分子材料质量与标准化协会。

本文件主要起草人：陈意、侯德隆、孙献冲、张磊、齐晓梅、潘思宇、赵建明、邵扬、王旌名、孟彦强、李成祥、范学富、凌玲、顾芳艳、刘鑫鑫、曹亭。

引 言

人造革合成革再制造包括各种制造人造革和合成革浆料回收再利用、利用回收浆料制造人造革和合成革以及人造革和合成革产品回收再制造。不同生产工艺所回收再制造的主要原材料以及人造革合成革产品之间存在差异。《人造革合成革再制造》按照所回收浆料和再制造人造革合成革工艺的不同，拟分为以下几部分。

- 第1部分：合成革用再生聚氨酯浆料。旨在帮助采用合成革用再生聚氨酯浆料的企业检测验收和提升产品质量。
- 第2部分：人造革合成革用再生二甲基甲酰胺。旨在帮助采用人造革合成革用再生二甲基甲酰胺的企业检测验收和提升产品质量。
- 第3部分：回收对苯二甲酸（PTA）再造对苯二甲酸二丁酯（DBTP）。旨在帮助采用人造革合成革回收对苯二甲酸（PTA）再造对苯二甲酸二丁酯（DBTP）的企业检测验收和提升产品质量。

人造革合成革再制造 第3部分： 回收对苯二甲酸（PTA）再造对苯二甲酸二丁酯（DBTP）

1 范围

本文件规定了以人造革合成革生产工艺流程中聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）为原料回收的对苯二甲酸（PTA）及其再造对苯二甲酸二丁酯（DBTP）的回收再造技术要求和性能要求，并描述了相应的试验方法。

本文件适用于以人造革合成革生产工艺流程中聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）为原料，回收的对苯二甲酸（PTA）及其再造的对苯二甲酸二丁酯（DBTP）的生产、制造、研发、检验和销售。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 1664 增塑剂外观色度的测定
- GB/T 1668 增塑剂酸值及酸度的测定
- GB/T 1671 增塑剂闪点的测定 克利夫兰开口杯法
- GB/T 1672 液体增塑剂体积电阻率的测定
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen单位-铂-钴色号）
- GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第8部分：液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7531—2008 有机化工产品灼烧残渣的测定
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722—2023 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 17521 化学试剂 N,N-二甲基甲酰胺
- GB/T 30921.1 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第1部分：对羧基苯甲醛（4-CBA）和对甲基苯甲酸（*p*-TOL）含量的测定
- GB/T 30921.2 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第2部分：金属含量的测定
- GB/T 30921.3 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第3部分：水含量的测定
- GB/T 30921.4 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第4部分：钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法
- GB/T 30921.5 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第5部分：酸值的测定
- GB/T 30921.6 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第6部分：粒度分布的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 DBTP 原材料

4.1 PTA 通用要求

用酸析法或其他方法从超纤革碱减量废水中回收PTA，应提纯并符合4.2的技术要求。

4.2 PTA 技术要求

PTA的技术要求应符合附录A中A.1的规定。

4.3 PTA 试验方法

PTA的试验方法应符合附录A中A.2的规定。

5 DBTP 技术要求

DBTP的技术要求应符合表1的规定。

表1 DBTP 的技术要求

序号	项目	指标		试验方法
		优等品	一等品	
1	外观	透明、无可见杂质的油状液体		6.2
2	色度/(Pt-Co)号	≤20	≤40	6.3
3	纯度(GC法)/(%)	≥99.5	≥99.0	6.4
4	密度(20℃)/(g/cm ³)	1.051~1.055		6.5
5	酸值(以KOH计)/(mg/g)	≤0.02	≤0.03	6.6
6	水分/(%)	≤0.03	≤0.05	6.7
7	闪点(开口杯法)/℃	≥160		6.8
8	体积电阻率 ^a /(10 ¹¹ Ω·m)	≥3	≥2	6.9
9	邻苯二甲酸酯含量(GC-MS法) ^a /(mg/kg)	— ^b	— ^b	6.10

^a 为根据用户要求的检测项目。
^b 指标值根据用户双方协商确定。

6 DBTP 试验方法

6.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682—2008中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170—2008中4.3.3修约值比较法进行。

6.2 外观的测定

在自然光线下目测。

6.3 色度的测定

按GB/T 1664的方法进行测定。

6.4 纯度的测定

按附录B的方法进行测定。

6.5 密度的测定

按GB/T 4472—2011中4.3.2“方法2：韦氏天平法”的方法进行测定。

两个平行测定值的绝对差值不应大于 0.0005 g/cm^3 ，取其算术平均值作为测定结果。

6.6 酸值的测定

按GB/T 1668的方法进行测定。其中试样量约50 g，精确至0.5 g；0.1 mol/L氢氧化钠标准溶液；10 g/L酚酞指示液。

两个平行测定值的绝对差值不应大于 0.003 mg/g ，取其算术平均值作为测定结果。

6.7 水分的测定

按GB/T 6324.8的方法进行测定。

两个平行测定值的绝对差值不应大于0.003%，取其算术平均值作为测定结果。

6.8 闪点的测定

按GB/T 1671的方法进行测定。

两个平行测定值的绝对差值不应大于 5°C ，取其算术平均值作为测定结果。

6.9 体积电阻率的测定

按GB/T 1672的方法进行测定。

6.10 邻苯二甲酸酯含量的测定（GC-MS法）

按附录C的方法进行测定。

其中标准曲线的绘制按照附录D的规定进行。

7 DBTP 检验规则

7.1 出厂检验

表1中规定的第（1）～（7）项为出厂检验项目。

7.2 组批规则

产品以同一槽罐或每次包装的均匀产品为一批。

7.3 采样

按GB/T 6680的规定进行采样，采样量不得少于1 000 mL。将所采实验室样品混匀后分别装入两个清洁、干燥的带内塞试剂瓶中，密封，粘上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样人等，一瓶供检验部门进行检验，另一瓶密封保存备查。

7.4 合格判定

产品出厂检验结果全部符合表1中的第（1）～（7）项要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若有1项指标不符合表1中第（1）～（7）项的要求，应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进行全项目复验，复验结果即使只有1项指标不符合表1中第（1）～（7）项的要求，则判定该批产品不合格。

8 DBTP 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品外包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括：产品名称、质量等级、标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期、批号、净含量等。并按GB/T 191—2008的规定标明“怕晒”“怕雨”图示标志。

8.2 包装

产品应用清洁、干燥、体积为200 L（或其他容量）的闭口钢桶包装。也可根据用户要求采取其他符合安全规定的包装方式。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、质量等级、标准编号、生产厂名称、批号、生产日期以及7.1规定的检验项目的检验数据等。

8.3 运输

产品运输时避免日晒、雨淋。搬运时轻装、轻卸，防止撞击。

8.4 贮存

产品应贮存在通风、阴凉、干燥、远离火源的货棚或仓库内，避免曝晒。

产品在符合本文件规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为6个月。

附录 A
(规范性)
PTA 技术要求和试验方法

A.1 PTA 技术要求

PTA的技术要求应符合表A.1的规定。

表 A.1 对苯二甲酸(PTA)的技术要求

序号	项目	指标	
		优等品	一等品
1	外观	白色粉末	
2	酸值(以氢氧化钾计)/(mg/g)	675±2	
3	对羧基苯甲醛/(mg/kg)	≤25	
4	对甲基苯甲酸/(mg/kg)	≤150	≤180
5	灼烧残渣/(mg/kg)	≤6	≤10
6	总重金属(钼铬镍钴锰钛铁)/(mg/kg)	≤3	≤5
7	铁/(mg/kg)	≤1	≤2
8	水分/(%)	≤0.2	
9	DMF色度(5 g/100 mL)/Hazen单位(铂-钴色号)	≤10	
10	b*值	供需商定	
11	粒度分布(体积分或质量分数)	250 μm以上/(%) 45 μm以下/(%) 平均粒径/μm	供需商定

A.2 PTA 试验方法

A.2.1 外观

将适量试样均匀地分布于白色器皿或滤纸上,进行目测。

A.2.2 酸值

按GB/T 30921.5的方法进行测定。

A.2.3 对羧基苯甲醛和对甲基苯甲酸

按GB/T 30921.1的方法进行测定,以其中高效液相色谱法为仲裁方法。

A.2.4 灼烧残渣

A.2.4.1 仪器设备

A.2.4.1.1 分析天平:感量为0.001 mg的天平及感量为0.1 g的天平。

A.2.4.1.2 坩埚:容积为60 mL~100 mL,质量不大于22 g的铂坩埚。

A. 2. 4. 2 试验步骤

按GB/T 7531—2008的方法进行测定。灼烧温度为750℃，试样量为50 g（精确到0.1 g）；空坩埚和带残渣的坩埚称准至0.001 mg，两次称量结果之差以不大于0.008 mg为恒重。

A. 2. 5 总重金属和铁

按GB/T 30921.2中的A法、B法或C法进行测定。若按A法测定时，还应按照GB/T 30921.4测定钛含量。以GB/T 30921.2中的C法为仲裁方法。

A. 2. 6 水分

按GB/T 30921.3的方法进行测定，以卡尔·费休容量法为仲裁方法。

A. 2. 7 DMF色度(5 g/100 mL)

采用符合GB/T 17521分析纯要求的二甲基甲酰胺（DMF），将试样配成5 g/100 mL的二甲基甲酰胺（DMF）溶液，进行过滤，取滤液按GB/T 3143的方法进行测定。

A. 2. 8 b*值

按GB/T 30921.7的方法进行测定。

A. 2. 9 粒度分布

按GB/T 30921.6的方法进行测定。若以体积分数报告，按激光衍射法规定进行；若以质量分数报告，按空气喷射筛分法进行。

附录 B
(规范性)
纯度的测定方法

B.1 原理

在选定的色谱试验条件下，样品汽化后由载气带入色谱柱将各组分分离，流出物用氢火焰离子化检测器检测，计算方法采用面积归一化法。

B.2 试剂与材料

B.2.1 氮气：纯度（体积分数）不小于99.99%。

B.2.2 氢气：纯度（体积分数）不小于99.99%。

B.2.3 空气：干燥无油压缩空气。

B.3 仪器设备

B.3.1 气相色谱仪：仪器灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722—2023有关规定。仪器的线性范围应满足分析的要求。

B.3.2 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

B.3.3 色谱柱：长15 m、内径0.53 mm、膜厚1.0 μm的毛细管色谱柱，固定相为100%甲基聚硅氧烷（或能达到同等分离效果的其他毛细管柱）。

B.3.4 微量注射器：1.0 μL。

B.3.5 色谱工作站。

B.4 试验条件

色谱试验条件如表B.1所示。

表 B.1 色谱试验条件

控制参数	试验条件
进样体积/μL	0.1
载气	氮气
载气流量/(mL/min)	6.4
检测器温度/°C	260
汽化室温度/°C	260
燃烧气（氢气）流量/(mL/min)	30
助燃气（空气）流量/(mL/min)	300
补偿气	氮气
补偿气流量/(mL/min)	25
分流比	10:1

表 B.1 (续)

控制参数		试验条件
升温程序	初始柱温/°C	150
	保持时间/min	2
	升温速率/(°C/min)	10
	最终温度/°C	240
	保持时间/min	10
定量方法		面积归一化法
注：上述试验条件中的参数是典型的，根据仪器不同选择最佳试验条件。		

B.5 试验步骤

根据仪器说明书，调节仪器至表B.1所示的操作条件，待仪器稳定后，用微量注射器进样0.1 μL，待出峰完毕后，用色谱工作站进行试验数据处理。

B.6 结果计算

DBTP的纯度以质量分数 (w_i) 计，按公式 (B.1) 计算：

$$w_i = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

w_i ——DBTP的纯度；

A ——样品中 DBTP 的峰面积；

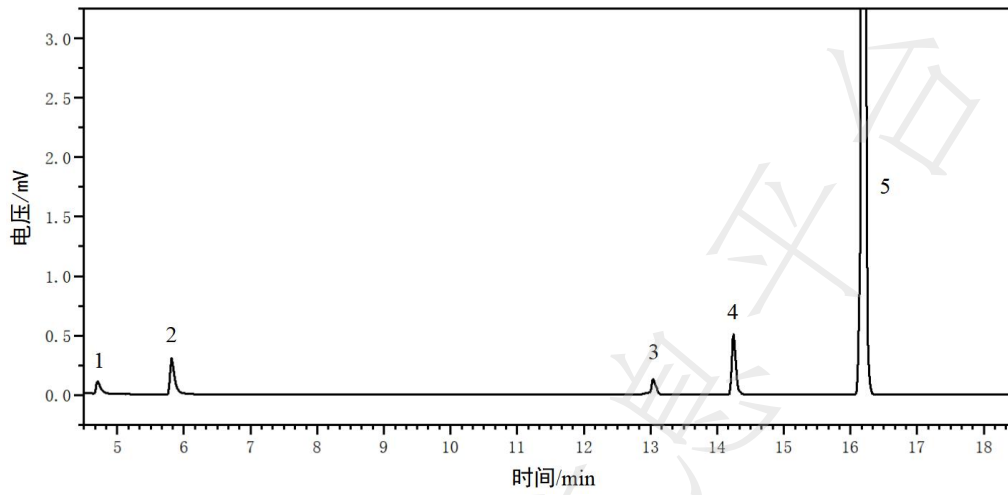
$\sum A_i$ ——样品中各组分的峰面积之和。

B.7 允许差

两个连续测定值的绝对差值不应大于0.15%，取其算术平均值作为测定结果。

B.8 色谱图

DBTP纯度测定典型色谱图见图B.1。



标引序号说明:

- 1——未知峰;
- 2——丁醇;
- 3——未知峰;
- 4——未知峰;
- 5——对苯二甲酸二丁酯。

图 B.1 DBTP 纯度测定典型色谱图

附录 C
(规范性)
邻苯二甲酸酯含量的测定 (GC-MS 法)

C.1 原理

采用气相色谱-质谱联用仪进行测定，在选定的工作条件下，样品在汽化室汽化后进入毛细管色谱柱，样品中的各组分通过色谱柱得到分离。质谱检测器采用电子轰击电离源(EI)、选择离子监测(SIM)检测，采用内标法定量。

C.2 试剂与材料

- C.2.1 苯甲酸苄酯[120-51-4]内标物：色谱纯，纯度大于99%。
- C.2.2 正辛烷[111-65-9]：纯度大于95%。
- C.2.3 标准样品：市售，纯度见表C.2。
- C.2.4 氮气(载气)：纯度(体积分数)不小于99.999%，使用前经脱水、脱氧、除有机物等净化处理。

C.3 仪器设备

- C.3.1 气相色谱-质谱联用仪：配有电子轰击源(EI)质谱检测器。
- C.3.2 色谱柱：长30 m、内径0.25 mm、膜厚0.25 μm 的毛细管色谱柱，固定相为(5%苯基)甲基聚硅氧烷(如DB-5 ms或能达到同等分离效果的其他毛细管柱)。
- C.3.3 微量进样器：10 μL 。
- C.3.4 色谱工作站。

C.4 分析条件

GC-MS分析条件如表C.1所示。

表 C.1 GC-MS 分析条件

控制参数		试验条件
进样体积/ μL		1
载气柱流量/(mL/min)		1.2
电离模式		电子轰击电离源(EI)，能量70eV
数据采集模式		选择离子监测(SIM)
分流比		20:1
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$		300
离子源温度/ $^{\circ}\text{C}$		250
传输线温度/ $^{\circ}\text{C}$		300
升温程序	初始柱温/ $^{\circ}\text{C}$	160
	保持时间/ min	0
	升温速率/($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)	20
	最终温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
	保持时间/ min	5
定量方法		内标法

注：上述试验条件中的参数是典型的，根据仪器不同选择最佳试验条件。

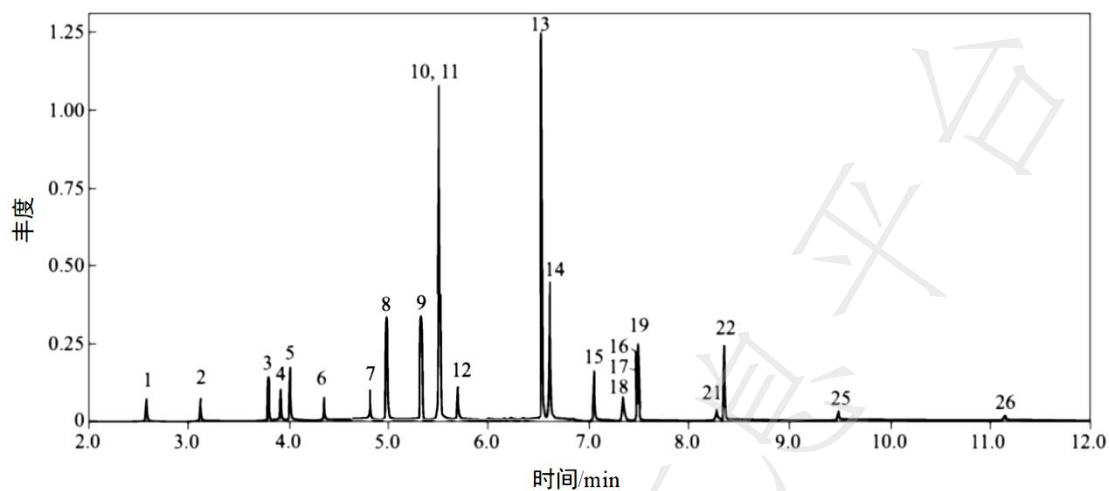
C.5 分析步骤

C.5.1 定性分析

取单个标样，按本文件分析，确定每个标样的保留时间，详见表C.2。附录C中图C.1为主要标样在上述分析条件下的TIC色谱图，图C.2~图C.4为部分化合物的SIM色谱图。

表 C.2 邻苯二甲酸酯类化合物信息表

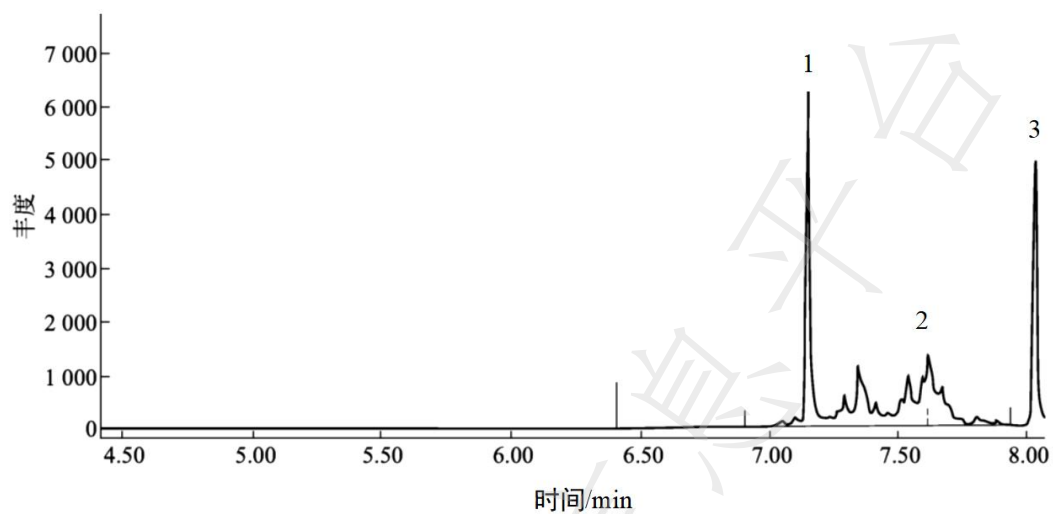
编号	邻苯二甲酸酯类 化合物名称	英文 缩写	CAS RN	纯度 %	定量 离子 m/z	保留 时间 min	检测时间 min
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	131-11-3	99.5	163	2.587	2.00~2.85
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	84-66-2	99.5	149	3.118	2.85~6.90
3	邻苯二甲酸二丙烯酸酯	DAP	131-17-9	98	149	3.799	
4	邻苯二甲酸二丙酯	DPrP	131-16-8	98	149	3.920	
5	苯甲酸苄酯（内标）	BB	120-51-4	99	212	4.013	
6	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	84-69-5	99	149	4.352	
7	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-74-2	99.5	149	4.802	
8	邻苯二甲酸二（2-甲氧基乙基）酯	DMEP	117-82-8	94	59	4.964	
9	邻苯二甲酸二（4-甲基-2-戊基）酯	BMPP	146-50-9	1.00 mg/mL （基体：正己烷）	85	5.306	
10	邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯	DEEP	605-54-9	1.00 mg/mL （基体：正己烷）	193	5.484	
11	邻苯二甲酸戊基异戊酯	DnIPP	84777-06-0	98	219	5.495	
12	邻苯二甲酸二戊酯	DnPP	131-18-0	98	149	5.679	
13	邻苯二甲酸二己酯	DnHP	84-75-3	97	251	6.520	
14	邻苯二甲酸苯甲基丁酯	BBP	85-68-7	98	91	6.604	
15	邻苯二甲酸二（2-丁氧基）乙酯	DBEP	117-83-9	98.5	101	7.049	
16	邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯	DEHP	117-81-7	95	279	7.327	
17	邻苯二甲酸二庚酯	DHP	3648-21-3	98	265	7.338	
18	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	84-61-7	99	249	7.359	
19	邻苯二甲酸二苯酯	DPhP	84-62-8	98	225	7.477	
20	邻苯二甲酸二异辛酯	DIOP	27554-26-3	99	279	7.830	
21	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	117-84-0	99.0	279	8.272	
22	对苯二甲酸二（2-乙基己基）酯	DOTP	6422-86-2	96	261	8.341	
23	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	20548-62-3	99	293	8.850	
24	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	26761-40-0	99	307	9.453	
25	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	84-76-4	99	293	9.480	
26	邻苯二甲酸二癸酯	DnDP	84-77-5	95	307	11.142	11.00~12.00



标引序号说明：

- 1——邻苯二甲酸二甲酯（DMP）；
- 2——邻苯二甲酸二乙酯（DEP）；
- 3——邻苯二甲酸二丙烯酸酯（DAP）；
- 4——邻苯二甲酸二丙酯（DPPrP）；
- 5——苯甲酸苄酯（BB）；
- 6——邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP）；
- 7——邻苯二甲酸二丁酯（DBP）；
- 8——邻苯二甲酸二（2-甲氧基乙基）酯（DMEP）；
- 9——邻苯二甲酸二（4-甲基-2-戊基）酯（BMPP）；
- 10——邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯（DEEP）；
- 11——邻苯二甲酸戊基异戊酯（DnIPP）；
- 12——邻苯二甲酸二戊酯（DnPP）；
- 13——邻苯二甲酸二己酯（DnHP）；
- 14——邻苯二甲酸苯甲基丁酯（BBP）；
- 15——邻苯二甲酸二（2-丁氧基）乙酯（DBEP）；
- 16——邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）；
- 17——邻苯二甲酸二庚酯（DHP）；
- 18——邻苯二甲酸二环己酯（DCHP）；
- 19——邻苯二甲酸二苯酯（DPhP）；
- 21——邻苯二甲酸二辛酯（DNOP）；
- 22——对苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DOTP）；
- 25——邻苯二甲酸二壬酯（DNP）；
- 26——邻苯二甲酸二癸酯（DnDP）。

图 C.1 标准样品混合物总离子流(TIC) 色谱图



标引序号说明:

1—DEHP;

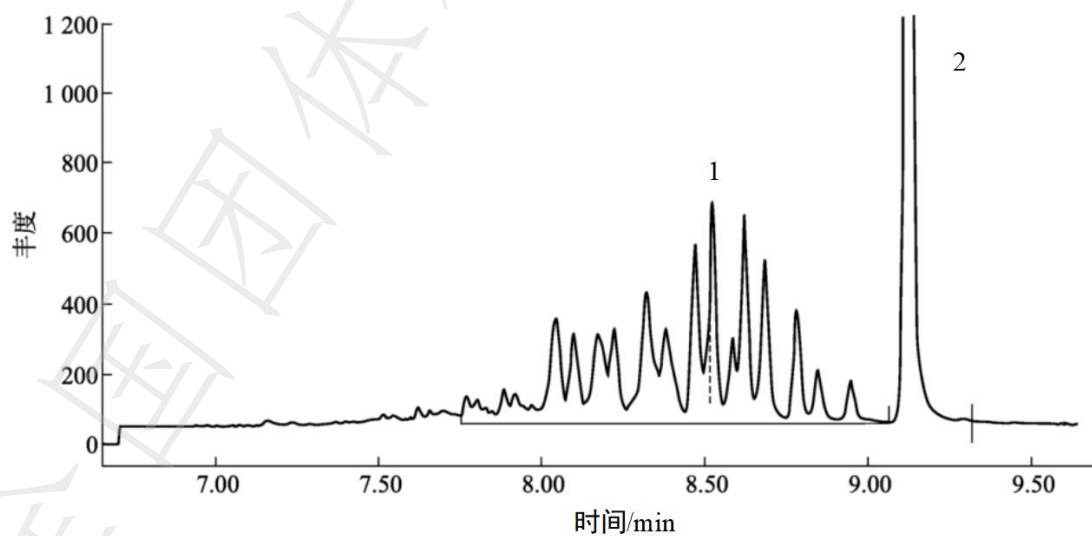
2—DIOP;

3—DNOP。

说明:

DIOP (含DEHP)、DNOP特征离子 $m/z=279$ 。

图 C.2 DIOP 选择离子监测(SIM) 色谱图



标引序号说明:

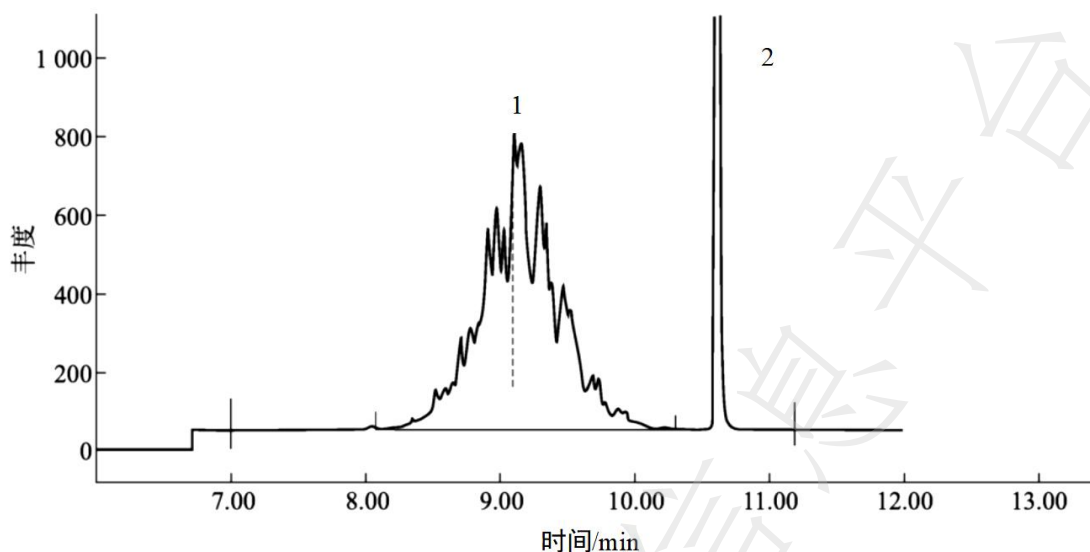
1—DINP;

2—DNP。

说明:

DINP、DNP特征离子 $m/z=293$ 。

图 C.3 DINP 选择离子监测(SIM) 色谱图



标引序号说明:

1——DIDP;

2——DnDP。

说明:

DIDP、DnDP特征离子 $m/z=307$ 。

图 C.4 DIDP 选择离子监测 (SIM) 色谱图

C.5.2 定量分析

采用内标法定量,取待测样品200 mL,用600 μ L正辛烷稀释,再加入10 μ L内标使用溶液(D.1.2)(或者加入一定量内标,使待测样品中内标物质量浓度与标准溶液测定时内标物质量浓度相同),按照标准样品测定时的分析条件进样分析,测得各组分与内标物的峰面积(A_i 、 A_s),根据标准曲线(D.3)计算待测样品中各组分的质量(m)。

标样、内标、邻苯二甲酸酯类化合物信息及SIM参数见表C.2。

内标液及标准溶液的配制见附录D中D.1和D.2。

C.5.3 结果计算

DBTP中邻苯二甲酸酯含量以质量分数(w_i)计,数值以mg/kg表示,按公式(C.1)计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

m_i ——各组分*i*在待测样品中的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——样品的质量的数值,单位为千克(kg)。

C.5.4 允许差

两个连续测定值的绝对差值不应大于算术平均值的15%,取其算术平均值作为测定结果。

附录 D
(规范性)
标准曲线的绘制

D.1 内标液的配制

D.1.1 内标储备溶液

配制1 000 mg/L的苯甲酸苄酯正辛烷溶液，于0°C~4°C冰箱中保存，有效期3个月。

D.1.2 内标使用溶液

从D.1.1容量瓶中取500 μL，加到10 mL容量瓶中，用正辛烷定容，质量浓度为50 mg/L。

D.2 标准溶液的配制

D.2.1 混标储备溶液

按D.2.2标样分组分别配制质量浓度为1 000 mg/L的混标储备溶液，于0°C~4°C冰箱中保存，有效期3个月。

D.2.2 标样分组

各标样分为3组：

- a) 第一组 S1：DMP、DEP、DPrP、DIBP、DBP、DnPP；
- b) 第二组 S2：DAP、DMEP、BMPP、BBP、DPhP；
- c) 第三组 S3：DEEP、DnIPP、DnHP、DBEP、DEHP、DHP、DCHP、DNOP、DNP、DnDP。

D.2.3 第一组S1各质量浓度点的依次配制

按如下配制：

- a) 取 S1 各化合物 1000 mg/L 的混标储备溶液 100 μL，加入 1900 μL 正辛烷，质量浓度为 50 mg/L；
- b) 取 50 mg/L 的 S1 溶液 200 μL，加入 800 μL 正辛烷，质量浓度为 10 mg/L；
- c) 取 50 mg/L 的 S1 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 5 mg/L；
- d) 取 10 mg/L 的 S1 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 1 mg/L；
- e) 取 5 mg/L 的 S1 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 0.5 mg/L；
- f) 取 1 mg/L 的 S1 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 0.1 mg/L；
- g) 取 0.5 mg/L 的 S1 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 0.05 mg/L；
- h) 取 0.1 mg/L 的 S1 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 0.01 mg/L。

D.2.4 第二组S2各质量浓度点的依次配制

按如下配制：

- a) 取 S2 各化合物 1000 mg/L 的混标储备溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 100 mg/L；
- b) 取 100 mg/L 的 S2 溶液 500 μL，加入 500 μL 正辛烷，质量浓度为 50 mg/L；
- c) 取 100 mg/L 的 S2 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 10 mg/L；
- d) 取 50 mg/L 的 S2 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 5 mg/L；
- e) 取 10 mg/L 的 S2 溶液 100 μL，加入 900 μL 正辛烷，质量浓度为 1 mg/L；

- f) 取 5 mg/L 的 S2 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 0.5 mg/L;
- g) 取 1 mg/L 的 S2 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 0.1 mg/L;
- h) 取 0.5 mg/L 的 S2 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 0.05 mg/L。

D. 2. 5 第三组S3各质量浓度点的依次配制

按如下配制:

- a) 取 S3 各化合物 1000 mg/L 的混标储备溶液 200 μ L, 加入 1800 μ L 正辛烷, 质量浓度为 100 mg/L;
- b) 取 100 mg/L 的 S3 溶液 500 μ L, 加入 500 μ L 正辛烷, 质量浓度为 50 mg/L;
- c) 取 100 mg/L 的 S3 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 10 mg/L;
- d) 取 50 mg/L 的 S3 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 5 mg/L;
- e) 取 10 mg/L 的 S3 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 1 mg/L;
- f) 取 5 mg/L 的 S3 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 0.5 mg/L;
- g) 取 1 mg/L 的 S3 溶液 100 μ L, 加入 900 μ L 正辛烷, 质量浓度为 0.1 mg/L。

D. 2. 6 标准溶液的测定

移取S1、S2、S3各质量浓度点标准溶液各800 μ L于进样小瓶中, 分别加入10 μ L内标使用溶液(D.1.2)。根据表C.1及表C.2中的操作条件进行测定。

注: 根据样品中邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度的范围配制相应质量浓度的标准溶液。

D. 3 标准曲线的绘制

按照C.2配制标准溶液, 绘制 m_i/m_s 随 A_i/A_s 变化的曲线, 用标准曲线计算被测邻苯二甲酸酯类化合物的质量(m)。

标准曲线的线性相关系数 R^2 不应小于0.995, 所测组分含量应在该标准曲线线性范围内。

标准曲线在使用过程中应该定期校正, 配制5 mg/L的标准溶液, 测定并计算相对偏差。若相对偏差小于20%, 曲线可继续使用; 否则, 应重新绘制标准曲线。