

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3251—2012

玩具材料中 1,4-丁二醇的检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of 1,4-butanediol in toy material—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2012-10-23 发布

2013-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国北京出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：高欣、梁淑雯、孙震、卢瑜、程玉龙、卫碧文、李少青、郑如兰。

玩具材料中 1,4-丁二醇的检测方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了玩具材料中 1,4-丁二醇的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于玩具塑料中的 1,4-丁二醇的检测和确证。

2 原理

样品用甲醇进行超声提取,提取液经过滤后,用气相色谱-质谱联用仪进行检测,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 标准物质:1,4-丁二醇(1,4-Butanediol,CAS 号:110-64-3,分子式: $C_4H_{10}O_2$):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.3 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):准确称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)的标准品(3.2)于 100 mL 的容量瓶中,用甲醇配制成 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液,低于 5 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。

3.4 标准工作溶液:根据检测要求将标准储备溶液(3.3)用甲醇稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.5 微孔滤膜:有机系 0.45 μm 。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MSD):配有(EI)离子源。

4.2 电子天平,感量 0.1 mg。

4.3 超声波提取器:功率大于或等于 200 W。

4.4 具塞锥形瓶:25 mL。

4.5 容量瓶:100 mL。

4.6 刻度吸管:10 mL。

4.7 具塞比色管:25 mL。

4.8 剪刀。

5 测定步骤

5.1 样品处理

5.1.1 制样

取代表性样品约 5 g,采用机械物理的方式剪成不大于 2 mm \times 2 mm 的试样。

5.1.2 提取

称取样品 1 g(精确至 0.001 g),于 25 mL 锥形瓶(4.4)中,用刻度吸管(4.6)加入 10 mL 甲醇

(3.1), 定容于常温下用超声波提取器(4.3)萃取 15 min, 转移至 25 mL 具塞比色管中(4.7), 残渣用少量甲醇洗涤 3 次, 定容至 25 mL, 提取溶液经微孔滤膜(3.5)过滤, 供气相色谱-质谱检测。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测定结果取决于所使用的仪器, 因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- 5.2.1.1 色谱柱: DB-WAX 石英毛细管柱, 30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚), 或相当者。
- 5.2.1.2 进样模式: 不分流进样。
- 5.2.1.3 进样口温度: 220 ℃。
- 5.2.1.4 色谱柱温度程序: 100 ℃保持 2 min, 然后以 25 ℃/min 升温至 220 ℃, 保持 2 min。
- 5.2.1.5 载气: 氦气, 纯度≥99.999%; 2 mL/min。
- 5.2.1.6 电子轰击源(EI): 70 eV。
- 5.2.1.7 离子源温度: 200 ℃。
- 5.2.1.8 接口温度: 280 ℃。
- 5.2.1.9 进样量: 1 μL。
- 5.2.1.10 质量扫描范围: 20 amu~150 amu。
- 5.2.1.11 测定方式: 全扫描(Scan)和选择离子监测模式(SIM)。
- 5.2.1.12 监测离子: 见表 1。

表 1 1,4-丁二醇的监测离子及其丰度比

名 称	监测离子(<i>m/z</i>)	监测离子丰度比 %
1,4-丁二醇	42(定量离子)、44、31、71	100 : 86 : 61 : 20

5.2.2 标准工作曲线的绘制

吸取 1 000 μg/mL 标准储备液适量体积, 用甲醇逐级稀释, 配制成浓度为 0 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 的标准工作液。

5.2.3 气相色谱-质谱分析及结果确证

标准溶液和样液等体积穿插进样, 根据选择离子色谱峰面积用外标法定量。如果样液与标准溶液的总离子流图中, 在相同保留时间有色谱峰出现, 则根据表 1 中定性离子对其确证。

按上述分析条件(5.2.1)对标准溶液进行分析, 其总离子色谱图、选择离子色谱图和质谱图参见附录 A。

5.3 空白实验

不加试样, 按上述 5.1~5.2 测定步骤进行。

6 结果计算

按式(1)计算样品中的 1,4-丁二醇的含量:

$$X = \frac{(A_i - A_0) \times c_s \times V}{A_s \times m}$$

.....(1)

式中：

X ——试样中的 1,4-丁二醇含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

A_i ——样液中 1,4-丁二醇的峰面积；

A_0 ——空白样中 1,4-丁二醇的峰面积；

c_s ——标准工作液中 1,4-丁二醇的浓度,单位为毫克每升(mg/L)；

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；

A_s ——标准工作液中 1,4-丁二醇的峰面积；

m ——试样质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的平均值,结果保留整数。

7 测定低限和回收率

7.1 测定低限

本方法对所测定的玩具材料中 1,4-丁二醇的测定低限为 1 mg/kg。

7.2 回收率

在试料中添加适量已知浓度的标准溶液,按 5.1~5.2 步骤进行回收率分析,本标准的 1,4-丁二醇的回收率在 98%~103%。

8 试验报告

- 试验报告至少应给出以下内容：
- a) 试样描述；
 - b) 使用的标准；
 - c) 试验结果；
 - d) 偏离标准的差异；
 - 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)

1,4-丁二醇标准溶液的气相色谱-质谱的总离子流色谱图、选择离子色谱图和质谱图

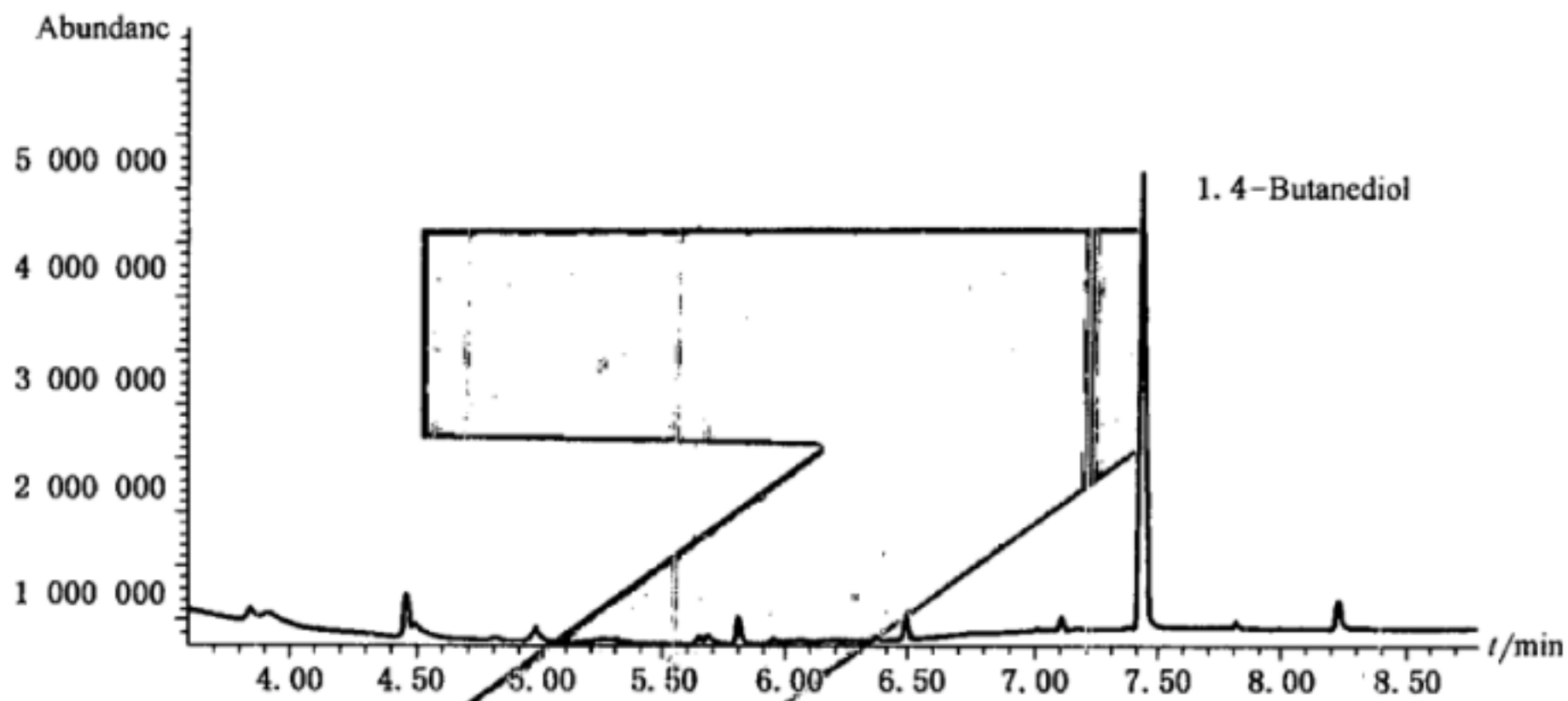


图 A.1 1,4-丁二醇标准溶液的气相色谱-质谱总离子流色谱图

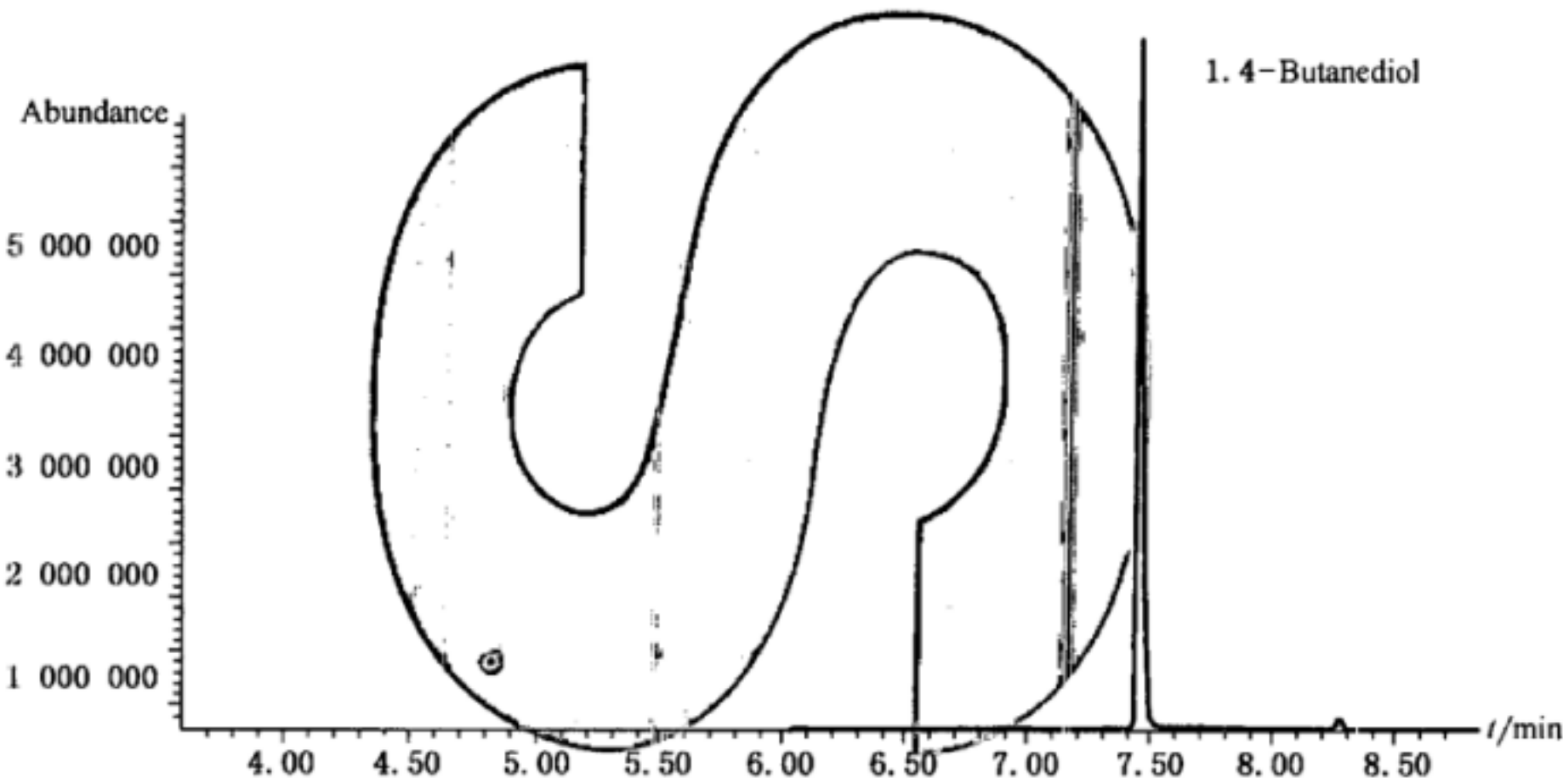


图 A.2 1,4-丁二醇标准溶液的气相色谱-质谱选择离子色谱图

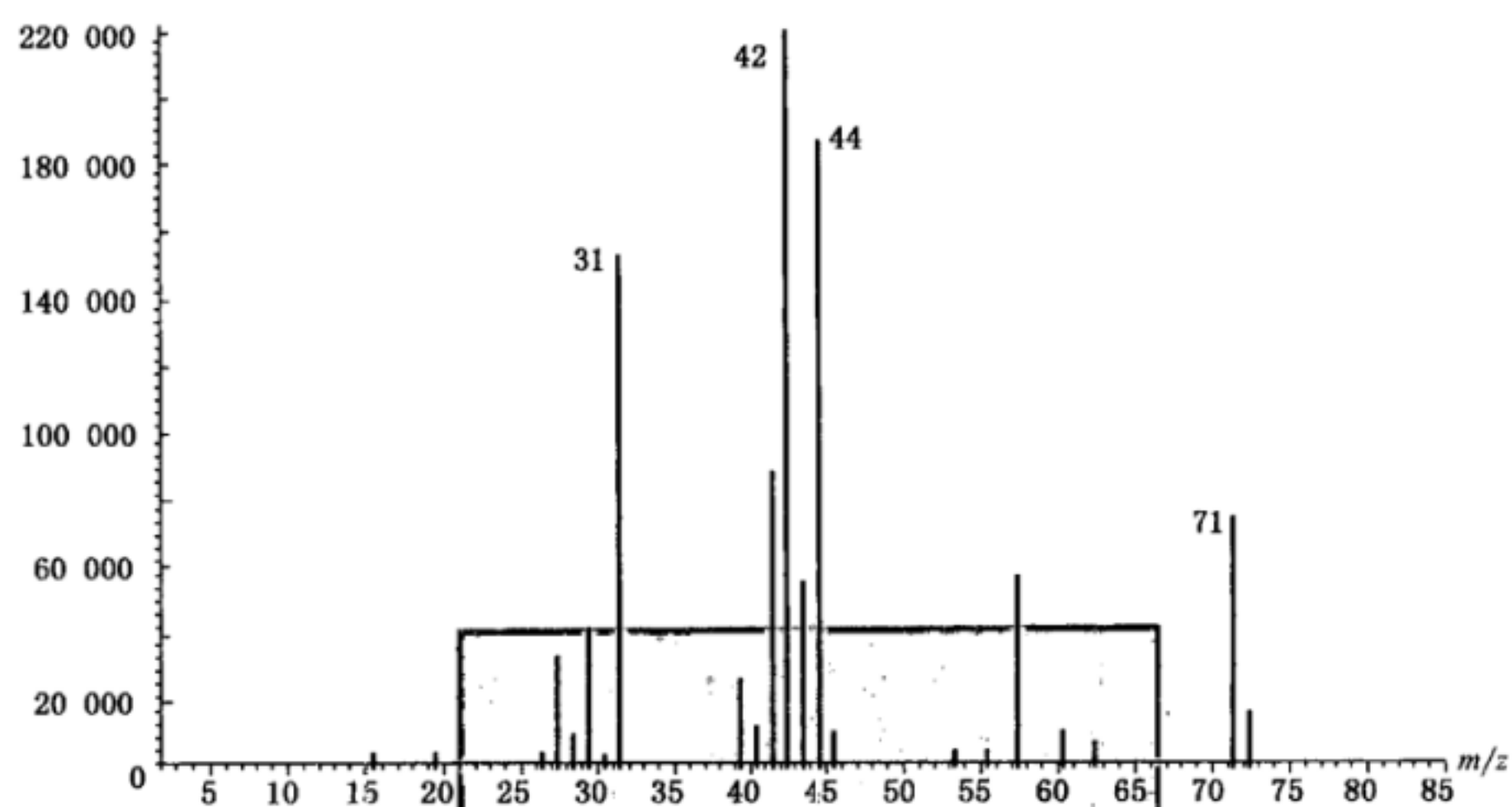
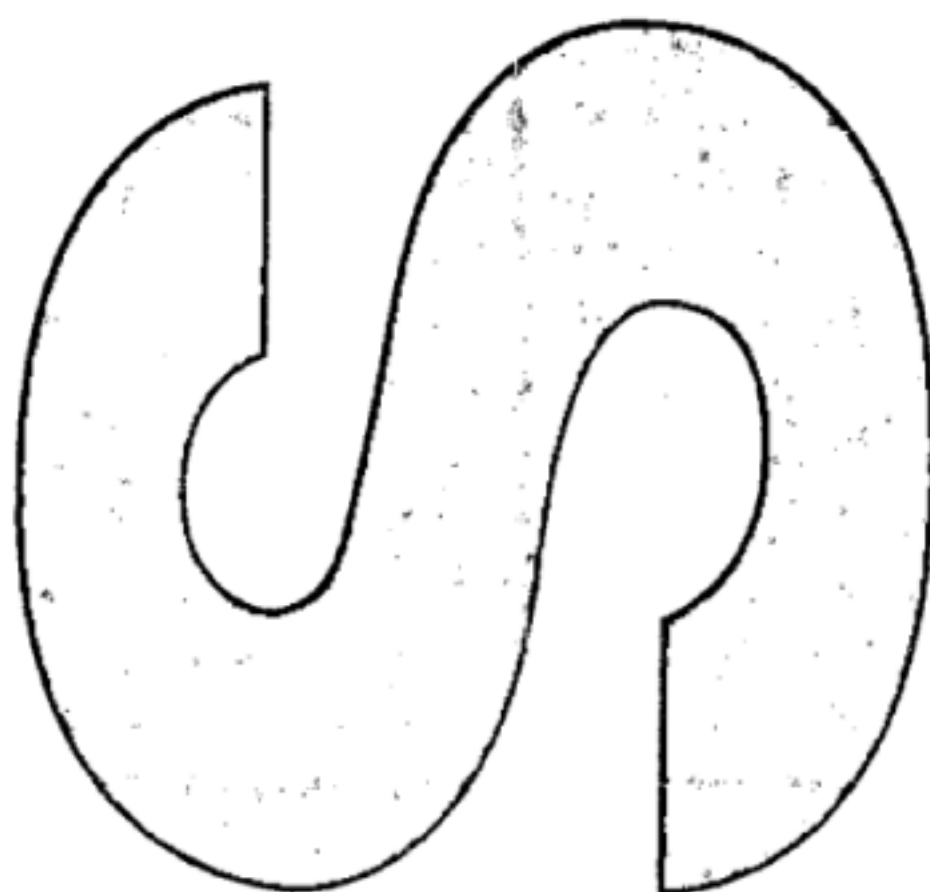


图 A.3 1,4-丁二醇的质谱图



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
玩具材料中 1,4-丁二醇的检测方法
气相色谱-质谱法
SN/T 3251—2012

*

中国标准出版社出版
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)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2013 年 3 月第一版 2013 年 3 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-24713 定价 16.00 元



SN/T 3251-2012