

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2408—2009

玩具中 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、 2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、 苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯迁移量的测定

Determination of migration of 2-methoxyethylacetate, 2-ethoxyethanol,
2-ethoxyethyl acetate, bis(2-methoxyethyl)
ether, styrene, isophorone and nitrobenzene in toys

2009-09-02 发布

2010-03-16 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

玩具中 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、
2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、
苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯迁移量的测定

SN/T 2408—2009

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 14 千字

2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066 · 2-20189

前 言

本标准参考了 EN71-10:2005《有机化合物 样品制备和提取》(英文版)中章节 6 和 EN71-11:2005《有机化合物 分析方法》(英文版)中章节 5.5.6。

本标准附录 A、附录 B、附录 C 均为资料性附录。

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:中国检验检疫科学研究院、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:白桦、张庆、卫碧文、缪俊文、董益阳。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

玩具中 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、 2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、 苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯迁移量的测定

1 范围

本标准规定了玩具中 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯迁移量的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于聚合物玩具材料和带粘合剂的贴纸类玩具中 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯的迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法。

3 原理

以去离子水作为模拟物提取玩具中的 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯(参见附录 A)，然后采用固相萃取净化，气相色谱-质谱法进行分离测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，试验用水应符合 GB/T 6682 一级水的标准。

- 4.1 载气：高纯氮，纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 4.2 丙酮：色谱纯。
- 4.3 二氯甲烷：色谱纯。
- 4.4 乙酸乙酯：色谱纯。
- 4.5 固相萃取装置：固相萃取架，Chromabond-Easy 固相萃取小柱，规格 6 mL/500 mg。
- 4.6 2-甲氧基乙酸乙酯标准品：纯度 $\geq 97\%$ 。
- 4.7 乙二醇单乙醚：纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 4.8 2-乙氧基乙酸乙酯：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.9 双(2-甲氧基乙基)醚：纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.10 苯乙烯：纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 4.11 异佛尔酮：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.12 硝基苯：纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.13 标准储备溶液(见表 1)：准确移取一定体积的标准品至 100 mL 容量瓶，用丙酮定容，得到混和标准储备溶液。该溶液在 $3\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存，可保存 3 个月。

表 1 标准储备溶液的配制

物质	体积/ μL	密度/(g/mL)	浓度/(mg/mL)
2-甲氧基乙酸乙酯	100	1.009	1.01
乙二醇单乙醚	100	0.930	0.93
2-乙氧基乙酸乙酯	100	0.975	0.97
双(2-甲氧基乙基)醚	100	0.937	0.94
苯乙烯	200	0.909	1.82
异佛尔酮	600	0.923	5.54
硝基苯	25	1.196	0.30

4.14 标准中间溶液:取 5 mL 标准储备溶液(4.13)至 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷定容,配制标准中间溶液。

4.15 标准工作溶液:分别准确移取 0.1 mL,0.25 mL,0.5 mL,1 mL,2 mL 标准中间溶液(4.14)至 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷定容,配制成一系列标准工作溶液,其中各物质浓度见表 2 所示。

表 2 标准工作溶液中各物质的浓度

单位为毫克每升(mg/L)

物 质	1#	2#	3#	4#	5#
2-甲氧基乙酸乙酯	0.05	0.125	0.25	0.5	1.0
乙二醇单乙醚	0.046 5	0.116	0.232	0.465	0.93
2-乙氧基乙酸乙酯	0.048 5	0.121	0.242	0.485	0.97
双(2-甲氧基乙基)醚	0.047	0.118	0.235	0.47	0.94
苯乙烯	0.09	0.225	0.45	0.9	1.8
异佛尔酮	0.277	0.692	1.38	2.77	5.54
硝基苯	0.015	0.037 5	0.075	0.15	0.3

5 仪器与设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击离子源(EI)。

5.2 微量进样器:1 μL 。

5.3 萃取瓶:250 mL,带螺口塞。

5.4 不锈钢镊。

5.5 旋转器,能控制萃取瓶以 60 r/min \pm 5 r/min 的速度上下旋转。

5.6 0.45 μm 水系过滤膜。

5.7 溶剂过滤器。

6 测定步骤

6.1 样品处理

6.1.1 制样

选择具有代表性的实验样品,切割(尽可能切割样品中较薄的部分)出一块面积为 $10\text{ cm}^2 \pm 1\text{ cm}^2$ 的待测样品,待测样品的形状最好为圆形或者直边较少的其他形状。当样品厚度超过 1 mm 时需要将截面面积计入总面积中。如果实验样品的面积小于 10 cm^2 则无需进行切割。

6.1.2 提取

使用不锈钢镊(5.4)将切割好的样品(6.1.1)放入萃取瓶(5.3)中。在 20℃±2℃下向萃取瓶中加入 100 mL 水,塞紧瓶塞,置于旋转器中,在 60 r/min±5 r/min 的转速下提取 60 min±5 min。将提出液用滤膜(5.6)过滤后待用。

6.1.3 净化

固相萃取柱(4.5)用 4 mL 去离子水进行活化,保持柱内填料湿润,然后缓慢加入 50 mL 提出液(6.1.2),注意控制萃取流速不要超过 5 mL/min。待提出液流尽后,分 5 次,每次以 1 mL 乙酸乙酯洗脱萃取柱,将所有洗脱液收集于 50 mL 容量瓶,用二氯甲烷定容后作为试样溶液待用。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测试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。

- a) 色谱柱:innowax,30 m×0.25 mm,膜厚 0.25 μm,或等效者;
- b) 程序升温:50℃,保持 15 min,然后以 15℃/min 的速度升至 150℃,保持 2 min,最后以 15℃/min 的速度升至 230℃;
- c) 载气:高纯氮,流速为 1 mL/min;
- d) 进样口温度:250℃;
- e) 进样模式:分流进样,分流比 5:1;
- f) 检测器:MSD,质量选择检测器;
- g) 质量扫描范围:35 m/z~350 m/z;
- h) 接口温度:280℃;
- i) 离子化方式:EI;
- j) 电离能量:70 eV;
- k) 监测方式:SIM;
- l) 选择离子:见表 3 所示。

表 3 选择离子(带下划线的为定量离子)

物质名称	选择离子(m/z)
2-甲氧基乙酸乙酯	43、45、 <u>58</u> 、73
乙二醇单乙醚	45、 <u>59</u> 、72
2-乙氧基乙酸乙酯	43、 <u>59</u> 、72、87
双(2-甲氧基乙基)醚	45、58、 <u>59</u> 、89
苯乙烯	51、78、 <u>104</u>
异佛尔酮	<u>82</u> 、95、138
硝基苯	51、 <u>77</u> 、123

6.2.2 标准工作曲线的绘制

分别准确吸取 1 μL 标准工作溶液(4.15)注入气相色谱质谱仪,按照上述的分析条件下(6.2.1)进行实验,以定量离子的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。在上述分析条件下,在上述分析条件下各标准物的总离子流图参见附录 B。

6.2.3 试样测定

准确吸取 1 μL 试样溶液(6.1.3)注入气相色谱质谱仪,按照与标准工作溶液相同的分析条件(6.2.1)进行测定。待测物质含量高,样液超过线性范围的,可用二氯甲烷稀释后进行测定。

6.3 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

扣除空白值后,玩具中 2-甲氧基乙酸乙酯、乙二醇单乙醚、2-乙氧基乙酸乙酯、双(2-甲氧基乙基)醚、苯乙烯、异佛尔酮和硝基苯的迁移量 $C(\text{mg/L})$ 由标准曲线上直接读出。

8 测定低限、回收率及精密度

8.1 检出限

本方法对各物质的检出限参见表 4。

表 4 检出限

物 质	检出限/(mg/L)
2-甲氧基乙酸乙酯	0.05
乙二醇单乙醚	0.046 5
2-乙氧基乙酸乙酯	0.048 5
双(2-甲氧基乙基)醚	0.047
苯乙烯	0.09
异佛尔酮	0.277
硝基苯	0.015

8.2 回收率和精密度

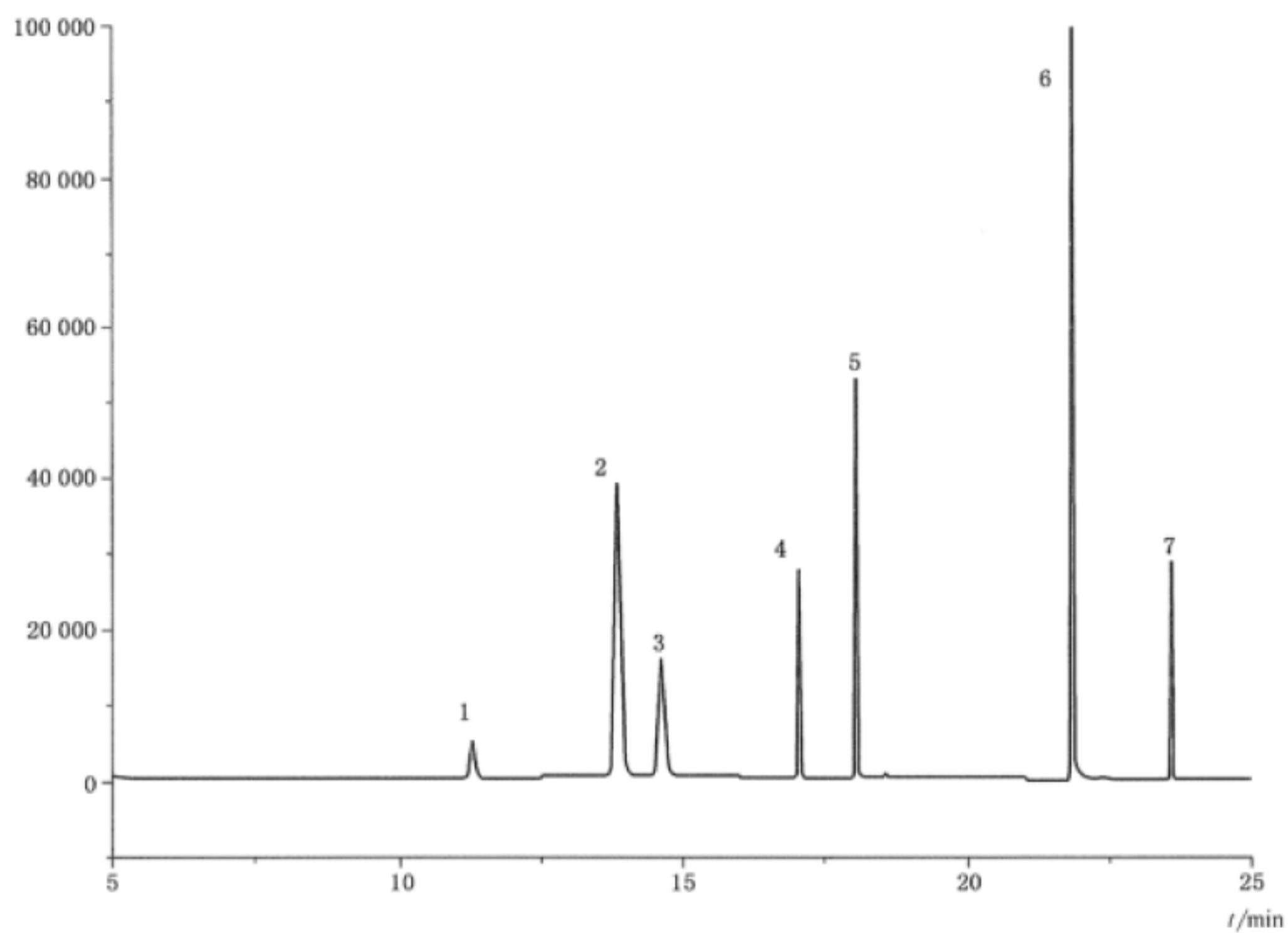
回收率和精密度参见附录 C。

附 录 A
(资料性附录)
种 类 表

表 A.1 种类表

序号	中文名称	英文名称	CAS
1	2-甲氧基乙酸乙酯	2-methoxyethyl acetate	110-49-6
2	乙二醇单乙醚	2-ethoxyethanol	110-80-5
3	2-乙氧基乙酸乙酯	2-ethoxyethyl acetate	111-15-9
4	双(2-甲氧基乙基)醚	Bis(2-methoxyethyl)ether	111-96-6
5	苯乙烯	styrene	100-42-5
6	异佛尔酮	3,5,5-trimethyl-2-cyclohexene-1-one	78-59-1
7	硝基苯	nitrobenzene	98-95-3

附录 B
(资料性附录)
标准物质色谱图



- 1——乙二醇单乙醚(11.3 min);
2——苯乙烯(13.8 min);
3——2-甲氧基乙酸乙酯(14.6 min);
4——2-乙氧基乙酸乙酯(17.0 min);
5——双(2-甲氧基乙基)醚(18.0 min);
6——异佛尔酮(21.8 min);
7——硝基苯(23.5 min)。

图 B.1 标准物质色谱图

附 录 C
(资料性附录)
回收率和精密度

表 C.1 玩具中聚合物材料样品的回收率和精密度(*n* = 6)

物质名称	添加浓度/(mg/L)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
2-甲氧基乙酸乙酯	0.05	87.7	9.2
	0.125	103.5	4.8
	0.25	107.2	4.5
乙二醇单乙醚	0.046 5	103.5	7.1
	0.116	101.3	5.3
	0.232	82.6	5.7
2-乙氧基乙酸乙酯	0.048	84.7	6.4
	0.121	90.5	6.0
	0.242	100.8	2.4
双(2-甲氧基乙基)醚	0.047	81.2	5.0
	0.118	100.3	5.6
	0.235	104.5	5.1
苯乙烯	0.09	82.8	5.3
	0.90	84.3	4.1
	1.80	84.5	5.3
异佛尔酮	0.277	102.1	6.2
	2.77	99.0	5.2
	5.54	96.8	4.0
硝基苯	0.015	81.3	5.0
	0.03	102.2	4.7
	0.075	99.5	8.6

表 C.2 带粘合剂的贴纸类玩具样品的添加回收率和精密度(*n* = 6)

物质名称	添加浓度/(mg/L)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
2-甲氧基乙酸乙酯	0.05	86.1	7.2
	0.125	105.6	5.2
	0.25	106.1	4.8
乙二醇单乙醚	0.046 5	105.2	6.2
	0.116	102.6	5.3
	0.232	83.1	5.9
2-乙氧基乙酸乙酯	0.048	85.1	5.8
	0.121	92.0	5.4
	0.242	104.2	3.4

表 C.2 (续)

物质名称	添加浓度/(mg/L)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
双(2-甲氧基乙基)醚	0.047	82.4	4.8
	0.118	89.8	5.1
	0.235	101.8	5.7
苯乙烯	0.09	82.4	5.2
	0.90	83.7	5.0
	1.80	81.8	4.8
异佛尔酮	0.277	100.9	6.8
	2.77	96.5	5.0
	5.54	92.9	3.8
硝基苯	0.015	83.2	4.3
	0.03	105.1	4.9
	0.075	92.4	7.5



SN/T 2408-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20189