

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2553—2010

### 进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、 游离甲苯二异氰酸酯及邻苯二甲酸酯类 增塑剂的测定

Determination of benzene, toluene, xylene isomers, free toluene diisocyanate and  
phthalate plasticizers in adhesives used in building for import and export

2010-05-27 发布

2010-12-01 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：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赖莺、黄长春、蔡延平、董清木、王鸿辉、黄宗平、郑丽纯、陈和秀、兰海。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## 进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、 游离甲苯二异氰酸酯及邻苯二甲酸酯类 增塑剂的测定

### 1 范围

本标准的方法一规定了进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、游离甲苯二异氰酸酯(TDI)的气相色谱质谱测定方法,方法二规定了进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、游离甲苯二异氰酸酯(TDI)的气相色谱-氢火焰离子化检测器测定方法,方法三规定了进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)的气相色谱质谱测定方法,方法四规定了进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)的气相色谱测定方法,方法五规定了进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)的高效液相色谱测定方法。

本标准的方法一、方法二适用于进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、游离甲苯二异氰酸酯的测定,方法三、方法四、方法五适用于进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP的测定。

### 2 方法一 苯、甲苯、二甲苯、游离甲苯二异氰酸酯的同时测定——气相色谱质谱法

#### 2.1 原理

试样用乙酸乙酯超声提取,提取液经过滤后,用气相色谱质谱法测定。根据其保留时间及质谱图定性,用内标法测定各物质含量。

#### 2.2 试剂与材料

2.2.1 苯:色谱纯。

2.2.2 甲苯:色谱纯。

2.2.3 邻二甲苯:色谱纯。

2.2.4 间二甲苯:色谱纯。

2.2.5 对二甲苯:色谱纯。

2.2.6 甲苯二异氰酸酯(TDI):纯度 $\geq 98\%$ 。

2.2.7 正十四烷:色谱纯。

2.2.8 5A分子筛:在500℃的高温炉中加热2h,置于干燥器中冷却备用。

2.2.9 乙酸乙酯:色谱纯,每500 mL加入250 g 5A分子筛(2.2.8),放置24 h后过滤。

2.2.10 标准储备液Ⅰ:准确称取苯(2.2.1)0.1 g,甲苯(2.2.2)2.0 g,邻二甲苯(2.2.3)、间二甲苯(2.2.4)各0.5 g,对二甲苯(2.2.5)1.0 g,均精确至0.000 2 g,置于50 mL容量瓶中,用乙酸乙酯(2.2.9)稀释至刻度,充分摇匀。

2.2.11 标准储备液Ⅱ:准确称取TDI(2.2.6)0.2 g,精确至0.000 2 g,置于50 mL容量瓶中,用乙酸乙酯(2.2.9)稀释至刻度,充分摇匀。

2.2.12 内标储备液:准确称取1.0 g正十四烷(2.2.7)标准品(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶中,用乙酸乙酯(2.2.9)稀释至刻度,配制成浓度为10 mg/mL的内标储备液。

2.2.13 混合标准工作溶液:分别移取适量标准储备液Ⅰ(2.2.10)和标准储备液Ⅱ(2.2.11),加入适量内标储备液(2.2.12),用乙酸乙酯(2.2.9)稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。

2.3 仪器与设备

- 2.3.1 气相色谱质谱仪。
- 2.3.2 超声波清洗器( $\geq 220$  W)。
- 2.3.3 旋涡混合器。
- 2.3.4 离心机:4 000 r/min。
- 2.3.5 电子天平:精确至 0.1 mg。
- 2.3.6 有机过滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

2.4 分析步骤

2.4.1 样品前处理

称取经混匀后的样品约 1 g(精确到 0.000 2 g),置于 10 mL 具塞比色管,用移液管加入 1 mL 内标储备液(2.2.12),用乙酸乙酯(2.2.9)稀释至刻度。在旋涡混合器上混匀后,超声波萃取 10 min,转移至 10 mL 具塞离心管,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,取上清液用 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤,滤液待测。

2.4.2 测定

2.4.2.1 气相色谱质谱测定参考条件

由于测试结果取决于所用仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:HP-5 MS 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$  毛细管柱或相当者。
- b) 程序升温:初始温度 50  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 3 min,5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 70  $^{\circ}\text{C}$ ,30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 280  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min,30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 300  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 5 min。
- c) 进样口温度:150  $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 质谱接口温度:280  $^{\circ}\text{C}$ 。
- e) 离子源温度:250  $^{\circ}\text{C}$ 。
- f) 四极杆温度:150  $^{\circ}\text{C}$ 。
- g) 载气:He(纯度 $>99.999\%$ ),1.0 mL/min 恒流。
- h) 进样量:1  $\mu\text{L}$ 。
- i) 进样方式:分流进样,分流比 50:1。
- j) 电离方式:EI。
- k) 溶剂延迟:2.5 min。
- l) 质谱扫描方式:同时采集全扫描(SCAN)和选择离子模式(SIM)数据。
- m) 全扫描(SCAN)范围:10 m/z $\sim$ 250 m/z。
- n) 选择离子模式(SIM)采集参数:见表 1。

表 1 选择离子模式(SIM)采集参数

物质名称	定量离子/(m/z)	参照离子 1	参照离子 2	丰度比
苯	78.0	52.0	39.0	100:18.2:11.4
甲苯	91.0	65.0	39.0	100:12.0:10.1
间,对二甲苯	91.0	106.0	77.1	100:46.4:13.6
邻二甲苯	91.0	106.0	77.1	100:44.0:13.0
TDI	174.0	145.0	132.0	100:64.7:18.4
正十四烷	57.0	43.0	71.0	100:74.5:62.4



## 2.4.2.2 色谱测定

### 2.4.2.2.1 相对质量校正因子的测定

根据 2.4.2.1 仪器条件测定混合标准工作溶液(2.2.13),记录色谱峰的保留时间和峰面积。标准溶液的选择离子色谱图参见附录 A 中图 A.1。

### 2.4.2.2.2 样品的测定

根据 2.4.1 进行样品处理,得到的样液根据 2.4.2.1 仪器测定条件进行测定,记录色谱峰的保留时间、质谱图和峰面积,根据保留时间和质谱图定性,选择表 1 中的定量离子用内标法定量。被测组分含量高的试样可适当稀释后进行测定。

## 2.5 结果计算

### 2.5.1 相对质量校正因子的计算

按式(1)计算:

$$f_i = \frac{m_i A_{is}}{m_{is} A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;

$m_i$ ——各被测组分的质量,单位为克(g);

$A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积;

$m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积。

### 2.5.2 待测组分含量的计算

按式(2)计算:

$$X_i = \frac{m_{is} A_i f_i}{m A_{is}} \times 10^6 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X_i$ ——试样中各被测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积;

$f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;

$m$ ——样品的质量,单位为克(g);

$A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积。

计算结果保留两位有效数字。

## 2.6 测定低限和精密度

### 2.6.1 测定低限

本方法对苯系物及 TDI 的测定低限(LOQ)分别为:10 mg/kg(苯、甲苯),20 mg/kg(邻二甲苯、间和对二甲苯),40 mg/kg(TDI)。

### 2.6.2 精密度

实验室内两次平行测定结果之差的相对值在 10% 以内。

## 3 方法二 苯、甲苯、二甲苯及游离甲苯二异氰酸酯的同时测定——气相色谱-氢火焰离子化检测器法

### 3.1 原理

试样用乙酸乙酯超声提取,提取液经过滤后,用气相色谱法测定。根据其保留时间定性,用内标法测定各物质含量。

### 3.2 试剂与材料

#### 3.2.1 苯:色谱纯。

3.2.2 甲苯:色谱纯。

3.2.3 邻二甲苯:色谱纯。

3.2.4 间二甲苯:色谱纯。

3.2.5 对二甲苯:色谱纯。

3.2.6 甲苯二异氰酸酯(TDI):纯度 $\geq 98\%$ 。

3.2.7 正十四烷:色谱纯。

3.2.8 5A 分子筛:在 500 °C 的高温炉中加热 2 h,置于干燥器中冷却备用。

3.2.9 乙酸乙酯:色谱纯,每 500 mL 加入 250 g 5A 分子筛(3.2.8),放置 24 h 后过滤。

3.2.10 标准储备液 I:准确称取苯(3.2.1)0.1 g,甲苯(3.2.2)2.0 g,邻二甲苯(3.2.3)、间二甲苯(3.2.4)各 0.5 g,对二甲苯(3.2.5)1.0 g,均精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(3.2.9)稀释至刻度,充分摇匀。

3.2.11 标准储备液 II:准确称取 TDI(3.2.6)0.2 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(3.2.9)稀释至刻度,充分摇匀。

3.2.12 内标储备液:准确称取 1.0 g 正十四烷(3.2.7)标准品(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(3.2.9)稀释至刻度,配制成浓度为 10 mg/mL 的内标储备液。

3.2.13 混合标准工作溶液:分别移取适量标准储备液 I(3.2.10)和标准储备液 II(3.2.11),加入适量内标储备液(3.2.12),用乙酸乙酯(3.2.9)稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。

### 3.3 仪器与设备

3.3.1 气相色谱仪:带 FID 检测器。

3.3.2 氢气发生器。

3.3.3 空气发生器。

3.3.4 超声波清洗器( $\geq 220$  W)。

3.3.5 旋涡混合器。

3.3.6 离心机:4 000 r/min。

3.3.7 电子天平:精确至 0.1 mg。

3.3.8 有机过滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

### 3.4 分析步骤

#### 3.4.1 样品前处理

称取经混匀后的样品约 1 g(精确到 0.000 2 g),置于 10 mL 具塞比色管,用移液管加入 1 mL 内标储备液(3.2.12),用乙酸乙酯(3.2.9)稀释至刻度。在旋涡混合器上混匀后,超声波萃取 10 min,转移至 10 mL 具塞离心管,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,取上清液用 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤,滤液待测。

#### 3.4.2 测定

##### 3.4.2.1 气相色谱测定参考条件

由于测试结果取决于所用仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

a) 色谱柱:DB-XLB 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$  毛细管柱或相当者。

b) 程序升温:初始温度 50 °C,保持 3 min,10 °C/min 升至 70 °C,保持 1 min,30 °C/min 升至 280 °C,保持 1 min。

c) 进样口温度:150 °C。

d) FID 检测器温度:280 °C。

e) 载气: $\text{N}_2$ (纯度 $> 99.999\%$ ),2.0 mL/min 恒流。

f) 燃气: $\text{H}_2$ ,40 mL/min。

- g) 空气:400 mL/min。
- h) 进样量:1  $\mu$ L。
- i) 进样方式:分流进样,分流比 50:1。

### 3.4.2.2 色谱测定

#### 3.4.2.2.1 相对质量校正因子的测定

根据 3.4.2.1 仪器条件测定混合标准工作溶液(3.2.13),记录色谱峰的保留时间和峰面积。标准溶液的典型色谱图参见附录 B 中图 B.1。

#### 3.4.2.2.2 样品的测定

根据 3.4.1 进行样品处理,得到的样液根据 3.4.2.1 仪器测定条件进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,根据保留时间定性,根据色谱峰面积用内标法定量。被测组分含量高的试样可适当稀释后进行测定。

### 3.5 结果计算

#### 3.5.1 相对质量校正因子的计算

按式(3)计算:

$$f_i = \frac{m_i A_{is}}{m_{is} A_i} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;
- $m_i$ ——各被测组分的质量,单位为克(g);
- $A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积;
- $m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);
- $A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积。

#### 3.5.2 待测组分含量的计算

按式(4)计算:

$$X_i = \frac{m_{is} A_i f_i}{m A_{is}} \times 10^6 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $X_i$ ——试样中各被测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);
- $A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积;
- $f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;
- $m$ ——样品的质量,单位为克(g);
- $A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积。

计算结果保留两位有效数字。

### 3.6 测定低限和精密度

#### 3.6.1 测定低限

本方法对苯系物及 TDI 的测定低限(LOQ)分别为:10 mg/kg(苯、甲苯,邻二甲苯、间和对二甲苯),30 mg/kg(TDI)。

#### 3.6.2 精密度

实验室内两次平行测定结果之差的相对值在 10%以内。

## 4 方法三 苯、甲苯、二甲苯及邻苯二甲酸酯类增塑剂的同时测定——气相色谱质谱法

### 4.1 原理

试样用乙酸乙酯超声提取,提取液经过滤后,用气相色谱质谱法测定。根据其保留时间及质谱图定



性,用内标法测定各物质含量。

## 4.2 试剂与材料

4.2.1 苯:色谱纯。

4.2.2 甲苯:色谱纯。

4.2.3 邻二甲苯:色谱纯。

4.2.4 间二甲苯:色谱纯。

4.2.5 对二甲苯:色谱纯。

4.2.6 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.2.7 邻苯二甲酸二丁酯(DBP):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.2.8 邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.2.9 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.2.10 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.2.11 正十四烷:色谱纯。

4.2.12 乙酸乙酯:色谱纯。

4.2.13 标准储备液:准确称取苯(4.2.1)、DIBP(4.2.6)、DBP(4.2.7)、BBP(4.2.8)、DEHP(4.2.9)、DNOP(4.2.10)各 0.1 g,甲苯(4.2.2)2.0 g,邻二甲苯(4.2.3)、间二甲苯(4.2.4)各 0.5 g,对二甲苯(4.2.5)1.0 g,均精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,充分摇匀。

4.2.14 内标储备液:准确称取 1.0 g 正十四烷(4.2.11)标准品(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(4.2.12)稀释至刻度,配制成浓度为 10 mg/mL 的内标储备液。

4.2.15 混合标准工作溶液:移取适量标准储备液(4.2.13),加入适量内标储备液(4.2.14),用乙酸乙酯(4.2.12)稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。

## 4.3 仪器与设备

4.3.1 气相色谱质谱仪。

4.3.2 超声波清洗器( $\geq 220$  W)。

4.3.3 旋涡混合器。

4.3.4 离心机:4 000 r/min。

4.3.5 电子天平:精确至 0.1 mg。

4.3.6 有机过滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 4.4 分析步骤

### 4.4.1 样品前处理

称取经混匀后的样品约 1 g(精确到 0.000 2 g),置于 10 mL 具塞比色管中,用移液管加入 1 mL 内标储备液(4.2.14),用乙酸乙酯稀释至刻度。在旋涡混合器上混匀后,超声波萃取 10 min,转移至 10 mL 具塞玻璃离心管中,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,取上清液用 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤,滤液待测。

注:实验尽量避免使用塑料制品,以防止增塑剂污染;必要时扣除样品空白。

### 4.4.2 测定

#### 4.4.2.1 气相色谱质谱测定参考条件

由于测试结果取决于所用仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

a) 色谱柱:HP-5MS 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$  毛细管柱或相当者;

b) 程序升温:初始温度 50  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 3 min,5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 70  $^{\circ}\text{C}$ ,30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 280  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min,10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 300  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 10 min;

c) 进样口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;



- d) 质谱接口温度:280 ℃;
- e) 离子源温度:250 ℃;
- f) 四极杆温度:150 ℃;
- g) 载气:He(纯度>99.999%),1.0 mL/min 恒流;
- h) 进样量:1 μL;
- i) 进样方式:分流进样,分流比 50 : 1;
- j) 电离方式:EI;
- k) 溶剂延迟:2.5 min;
- l) 质谱扫描方式:同时采集全扫描(SCAN)和选择离子模式(SIM)数据;
- m) 全扫描(SCAN)范围:10 m/z~450 m/z;
- n) 选择离子模式(SIM)采集参数:见表 2。

表 2 选择离子模式(SIM)采集参数

物质名称	定量离子/(m/z)	参照离子 1	参照离子 2	丰度比
苯	78.0	52.0	39.0	100 : 18.2 : 11.4
甲苯	91.0	65.0	39.0	100 : 12.0 : 10.1
间,对二甲苯	91.0	106.0	77.1	100 : 46.4 : 13.6
邻二甲苯	91.0	106.0	77.1	100 : 44.0 : 13.0
DIBP	149.0	104.0	223.0	100 : 8.6 : 5.6
DBP	149.0	104.0	223.0	100 : 5.3 : 4.2
BBP	149.0	91.0	206.0	100 : 75.4 : 22.9
DEHP	149.0	167.0	279.0	100 : 29.2 : 6.8
DNOP	149.0	279.0	167.0	100 : 5.5 : 2.3
正十四烷	57.0	43.0	71.0	100 : 74.5 : 62.4

4.4.2.2 色谱测定

4.4.2.2.1 相对质量校正因子的测定

根据 4.4.2.1 仪器条件测定混合标准工作溶液(4.2.15),记录色谱峰的保留时间和峰面积。标准溶液的选择离子色谱图参见附录 C 中图 C.1。

4.4.2.2.2 样品的测定

根据 4.4.1 进行样品处理,得到的样液根据 4.4.2.1 仪器测定条件进行测定,记录色谱峰的保留时间、质谱图和峰面积,根据保留时间和质谱图定性,选择表 2 中的定量离子用内标法定量。被测组分含量高的试样可适当稀释后进行测定。

4.5 结果计算

4.5.1 相对质量校正因子的计算

按式(5)计算:

$$f_i = \frac{m_i A_{is}}{m_{is} A_i}$$

.....( 5 )

式中:

$f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;

$m_i$ ——各被测组分的质量,单位为克(g);

$A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积;

$m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积。

#### 4.5.2 待测组分含量的计算

按式(6)计算:

$$X_i = \frac{m_{is} A_i f_i}{m A_{is}} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$X_i$ ——试样中各被测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积;

$f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;

$m$ ——样品的质量,单位为克(g);

$A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积。

计算结果保留两位有效数字。

#### 4.6 测定低限和精密度

##### 4.6.1 测定低限

本方法对苯系物及邻苯二甲酸酯类增塑剂的测定低限(LOQ)分别为:10 mg/kg(苯、甲苯), 20 mg/kg(邻二甲苯、间和对二甲苯),7 mg/kg(DIBP、DBP),20 mg/kg(BBP、DEHP、DNOP)。

##### 4.6.2 精密度

实验室内两次平行测定结果之差的相对值在10%以内。

### 5 方法四 苯、甲苯、二甲苯及邻苯二甲酸酯类增塑剂的同时测定——气相色谱-氢火焰离子化检测器法

#### 5.1 原理

试样用乙酸乙酯超声提取,提取液经过滤后,用气相色谱法测定。根据其保留时间定性,用内标法测定各物质含量。

#### 5.2 试剂与材料

5.2.1 苯:色谱纯。

5.2.2 甲苯:色谱纯。

5.2.3 邻二甲苯:色谱纯。

5.2.4 间二甲苯:色谱纯。

5.2.5 对二甲苯:色谱纯。

5.2.6 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP):纯度 $\geq 97\%$ 。

5.2.7 邻苯二甲酸二丁酯(DBP):纯度 $\geq 97\%$ 。

5.2.8 邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP):纯度 $\geq 97\%$ 。

5.2.9 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP):纯度 $\geq 97\%$ 。

5.2.10 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP):纯度 $\geq 97\%$ 。

5.2.11 正十四烷:色谱纯。

5.2.12 乙酸乙酯:色谱纯。

5.2.13 标准储备液:准确称取苯(5.2.1)、DIBP(5.2.6)、DBP(5.2.7)、BBP(5.2.8)、DEHP(5.2.9)、DNOP(5.2.10)各0.1 g,甲苯(5.2.2)2.0 g,邻二甲苯(5.2.3)、间二甲苯(5.2.4)各0.5 g,对二甲苯(5.2.5)1 g,均精确至0.000 2 g,置于50 mL容量瓶中,用乙酸乙酯(5.2.12)稀释至刻度,充分摇匀。

5.2.14 内标储备液:准确称取1.0 g正十四烷(5.2.11)标准品(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶中,用乙酸乙酯(5.2.12)稀释至刻度,配制成浓度为10 mg/mL的内标储备液。

5.2.15 混合标准工作溶液:移取适量标准储备溶液(5.2.13),加入适量内标储备液(5.2.14),用乙酸乙酯(5.2.12)稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。

### 5.3 仪器与设备

5.3.1 气相色谱仪:带 FID 检测器。

5.3.2 氢气发生器。

5.3.3 空气发生器。

5.3.4 超声波清洗器( $\geq 220$  W)。

5.3.5 旋涡混合器。

5.3.6 离心机:4 000 r/min。

5.3.7 电子天平:精确至 0.1 mg。

5.3.8 有机过滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

### 5.4 分析步骤

#### 5.4.1 样品前处理

称取经混匀后的样品约 1 g(精确到 0.000 2 g),置于 10 mL 具塞比色管,用移液管加入 1 mL 内标储备液(5.2.14),用乙酸乙酯稀释至刻度。在旋涡混合器上混匀后,超声波萃取 10 min,转移至 10 mL 具塞玻璃离心管,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,取上清液用 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤,滤液待测。

注:实验中尽量避免使用塑料制品,以防止增塑剂污染;必要时扣除样品空白。

#### 5.4.2 测定

##### 5.4.2.1 气相色谱测定参考条件

由于测试结果取决于所用仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的:

- 色谱柱:DB-XLB 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$  毛细管柱或相当者;
- 程序升温:初始温度 50  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 3 min,10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 70  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min,30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 280  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min,10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 300  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 4 min;
- 进样口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- FID 检测器温度:280  $^{\circ}\text{C}$ ;
- 载气: $\text{N}_2$ (纯度 $>99.999\%$ ),2.0 mL/min 恒流;
- 燃气: $\text{H}_2$ ,40 mL/min;
- 空气:400 mL/min;
- 进样量:1  $\mu\text{L}$ ;
- 进样方式:分流进样,分流比 50:1。

##### 5.4.2.2 色谱测定

###### 5.4.2.2.1 相对质量校正因子的测定

根据 5.4.2.1 仪器条件测定混合标准工作溶液(5.2.15),记录色谱峰的保留时间和峰面积。标准溶液的典型色谱图参见附录 D 中图 D.1。

###### 5.4.2.2.2 样品的测定

根据 5.4.1 进行样品处理,得到的样液根据 5.4.2.1 仪器测定条件进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,根据保留时间定性,根据色谱峰面积用内标法定量。被测组分含量高的试样可适当稀释后进行测定。

### 5.5 结果计算

#### 5.5.1 相对质量校正因子的计算

按式(7)计算:

$$f_i = \frac{m_i A_{is}}{m_{is} A_i} \dots\dots\dots (7)$$



式中:

$f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;

$m_i$ ——各被测组分的质量,单位为克(g);

$A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积;

$m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积。

5.5.2 待测组分含量的计算

按式(8)计算:

$$X_i = \frac{m_{is} A_i f_i}{m A_{is}} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$X_i$ ——试样中各被测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_{is}$ ——内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——各被测组分的色谱峰面积;

$f_i$ ——各被测组分的相对质量校正因子;

$m$ ——样品的质量,单位为克(g);

$A_{is}$ ——内标物的色谱峰面积。

计算结果保留两位有效数字。

5.6 测定低限和精密度

5.6.1 测定低限

本方法对苯系物及邻苯二甲酸酯类增塑剂的测定低限(LOQ)分别为:10 mg/kg(苯、甲苯、邻二甲苯、间和对二甲苯),5 mg/kg(DIBP、DBP),10 mg/kg(BBP、DEHP、DNOP)。

5.6.2 精密度

实验室内两次平行测定结果之差的相对值在10%以内。

6 方法五 苯、甲苯、二甲苯及邻苯二甲酸酯类增塑剂的同时测定——高效液相色谱法

6.1 原理

试样用乙酸乙酯超声提取,提取液经过滤后,采用液相色谱法测定。根据其保留时间及紫外光谱定性,用外标法测定各物质含量。

6.2 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为去离子水或相当纯度的水。

6.2.1 苯:色谱纯。

6.2.2 甲苯:色谱纯。

6.2.3 邻二甲苯:色谱纯。

6.2.4 间二甲苯:色谱纯。

6.2.5 对二甲苯:色谱纯。

6.2.6 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP):纯度≥97%。

6.2.7 邻苯二甲酸二丁酯(DBP):纯度≥97%。

6.2.8 邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP):纯度≥97%。

6.2.9 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP):纯度≥97%。

6.2.10 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP):纯度≥97%。

6.2.11 乙腈:色谱纯。

6.2.12 乙酸乙酯:色谱纯。



6.2.13 标准储备液:准确称取苯(6.2.1)、DIBP(6.2.6)、DBP(6.2.7)、BBP(6.2.8)、DEHP(6.2.9)、DNOP(6.2.10)各 0.1 g,甲苯(6.2.2)2.0 g,邻二甲苯(6.2.3)、间二甲苯(6.2.4)各 0.5 g,对二甲苯(6.2.5)1.0 g,均精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(6.2.12)稀释至刻度,充分摇匀。

6.2.14 标准工作溶液:用乙酸乙酯(6.2.12)作溶剂,移取适量的标准储备溶液(6.2.13)于 25 mL 容量瓶中,配成如表 3 所示浓度的标准工作溶液。

表 3 标准工作溶液浓度

标准名称	苯	甲苯	邻二甲苯	间二甲苯	对二甲苯	DIBP	DBP	BBP	DEHP	DNOP
标准储备液浓度/ (mg/mL)	2.0	40.0	10.0	20.0	10.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
标准系列浓度/(mg/mL)	0.010	0.20	0.050	0.050	0.10	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	0.020	0.40	0.10	0.10	0.20	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020
	0.040	0.80	0.20	0.20	0.40	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040
	0.10	2.0	0.50	0.50	1.0	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
	0.20	4.0	1.0	1.0	2.0	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
	0.40	8.0	2.0	2.0	4.0	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40

6.3 仪器与设备

6.3.1 液相色谱仪,带二极管阵列检测器。

6.3.2 超声波清洗器(≥220 W)。

6.3.3 旋涡混合器。

6.3.4 离心机:4 000 r/min。

6.3.5 电子天平:精确至 0.1 mg。

6.3.6 有机过滤膜:0.45 μm。

6.4 分析步骤

6.4.1 样品前处理

称取经混匀后的样品约 1 g(精确到 0.000 2 g),置于 10 mL 具塞比色管中,用乙酸乙酯稀释至刻度。在旋涡混合器上混匀后,超声波萃取 10 min,转移至 10 mL 具塞玻璃离心管中,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,取上清液用 0.45 μm 有机滤膜过滤,滤液待测。

注:实验中尽量避免使用塑料制品,以防止增塑剂污染;必要时扣除样品空白。

6.4.2 测定

6.4.2.1 液相色谱测定参考条件

由于测试结果取决于所用仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:C18 柱,250 mm×4.6 mm,5 μm,或相当者;
- b) 流动相:A-水,B-乙腈;
- c) 梯度程序:0 min~15 min,B 71%;15.01 min~30 min,B 100%;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 柱温:30 ℃;
- f) 进样量:5 μL;
- g) 检测器扫描范围:210 nm~320 nm;
- h) 定量波长:254 nm。(注:邻苯二甲酸酯类增塑剂也可选择 224 nm 或 274 nm 检测)。

6.4.2.2 标准工作曲线绘制

标准工作溶液系列(6.2.14)按色谱条件(6.4.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对

应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准溶液的典型色谱图参见附录 E 中 E.1。

6.4.2.3 样品的测定

根据 6.4.1 进行样品处理,得到的样液根据 6.4.2.1 仪器测定条件进行测定,记录色谱峰的保留时间、紫外吸收光谱和峰面积。根据被测组分的保留时间及紫外吸收光谱定性,根据峰面积定量。被测组分含量高的试样可适当稀释后进行测定。

6.5 结果计算

按式(9)计算:

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \times 1\,000$$

.....( 9 )

式中:

- X——试样中被测组分含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——样液中被测组分的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——样液最终体积,单位为毫升(mL);
- m——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6.6 测定低限和精密度

6.6.1 测定低限

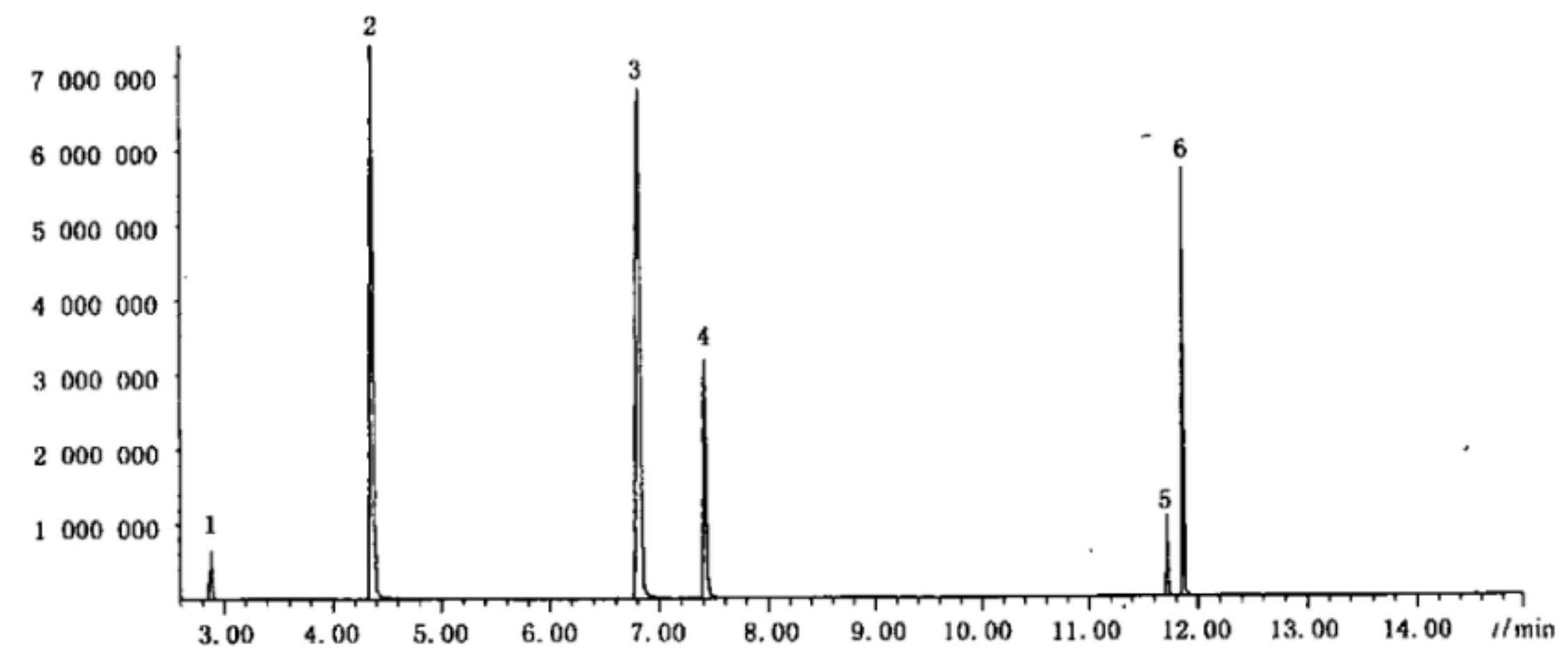
本方法对苯系物及邻苯二甲酸酯类增塑剂的测定低限(LOQ)均为 100 mg/kg。

6.6.2 精密度

实验室内两次平行测定结果之差的相对值在 10%以内。

附录 A  
(资料性附录)

苯、甲苯、二甲苯和甲苯二异氰酸酯的选择离子色谱图



- 1——苯；  
2——甲苯；  
3——间和对二甲苯；  
4——邻二甲苯；  
5——TDI；  
6——正十四烷。

图 A.1 苯、甲苯、二甲苯和甲苯二异氰酸酯的选择离子色谱图

附录 B

(资料性附录)

苯、甲苯、二甲苯和甲苯二异氰酸酯的气相色谱图

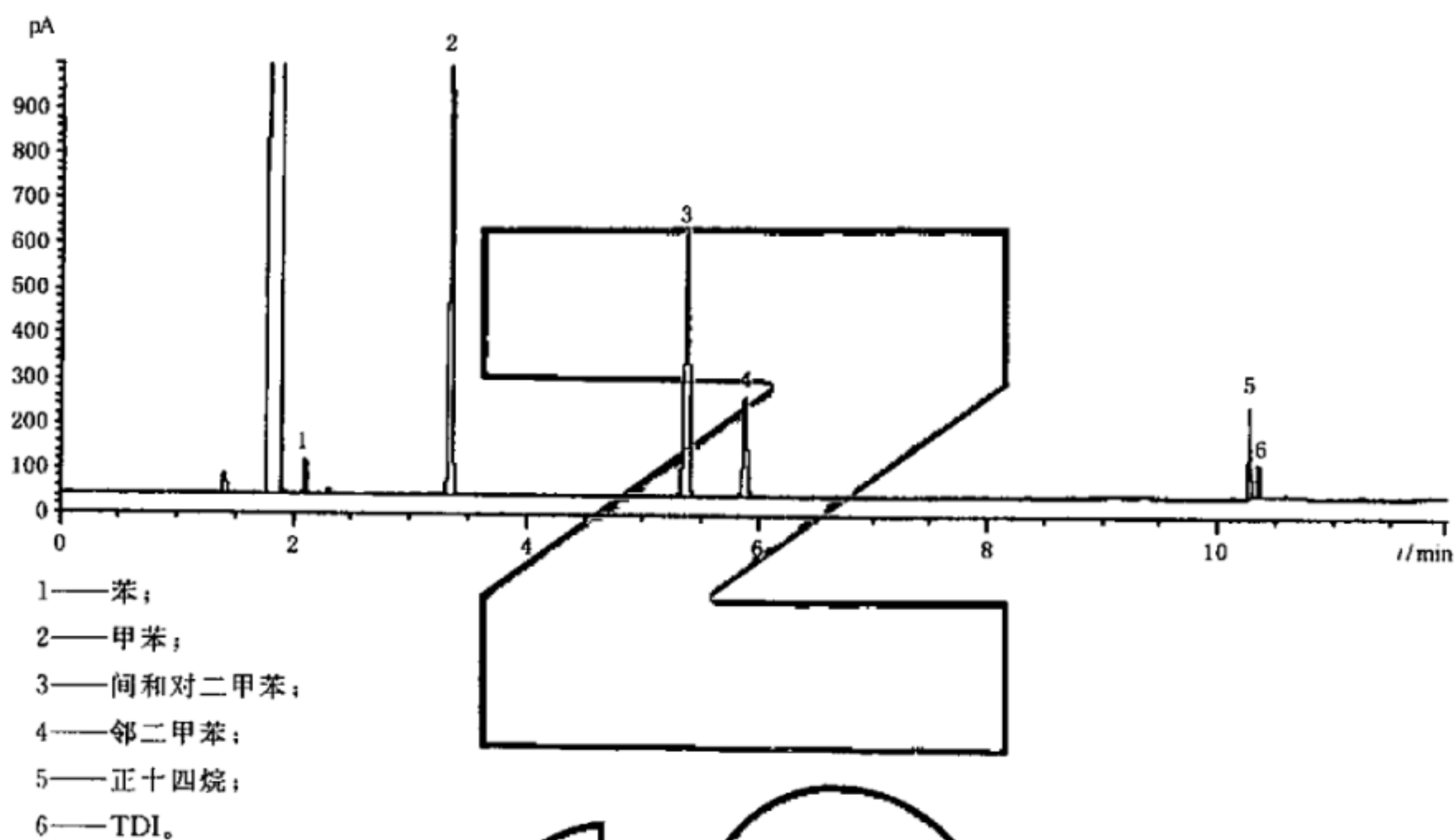


图 B.1 苯、甲苯、二甲苯和甲苯二异氰酸酯的气相色谱图



附录 C  
(资料性附录)

苯、甲苯、二甲苯和邻苯二甲酸酯类增塑剂的选择离子色谱图

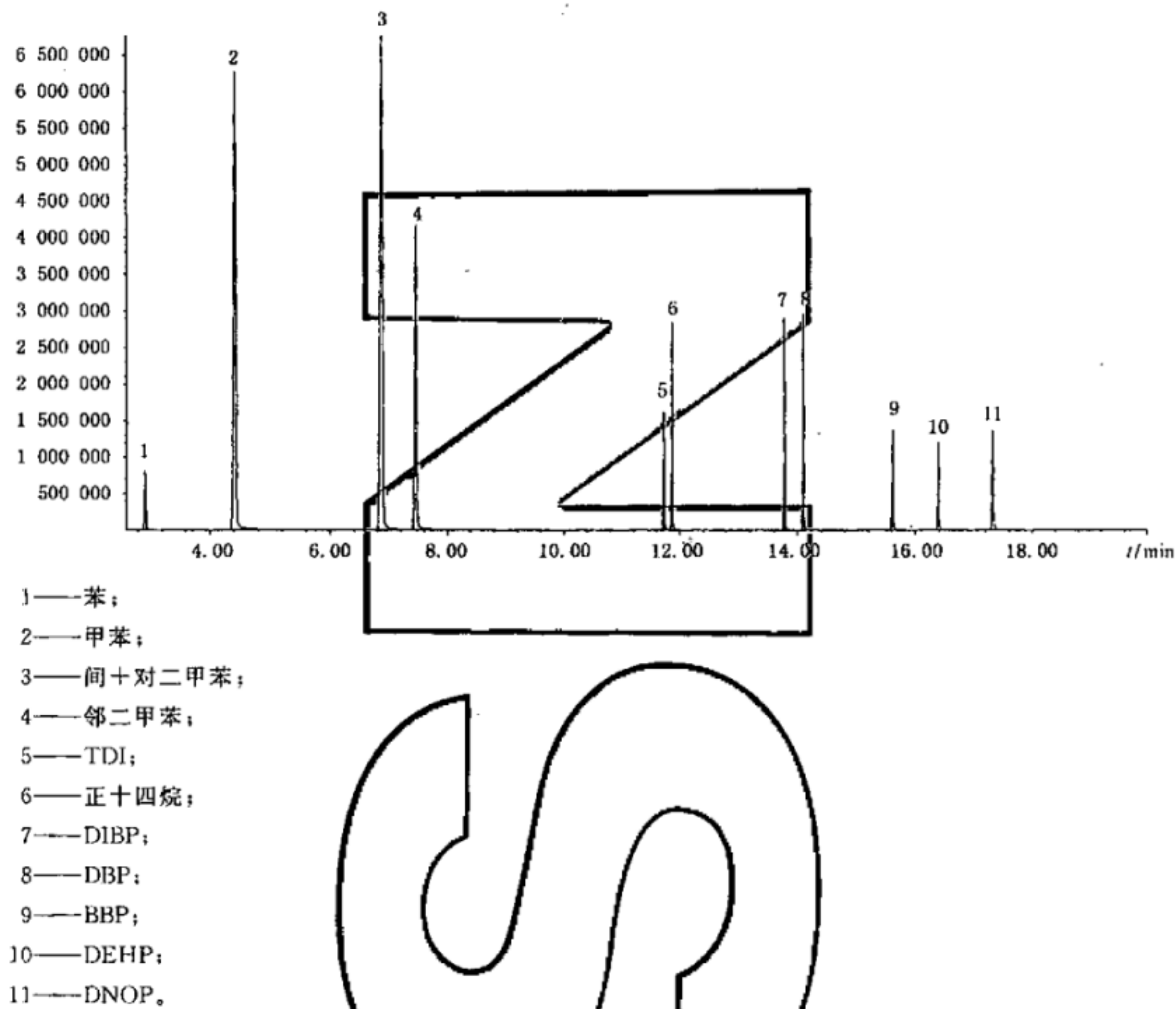


图 C.1 苯、甲苯、二甲苯和邻苯二甲酸酯类增塑剂的选择离子色谱图

附 录 D

(资料性附录)

苯、甲苯、二甲苯和邻苯二甲酸酯类增塑剂的气相色谱图

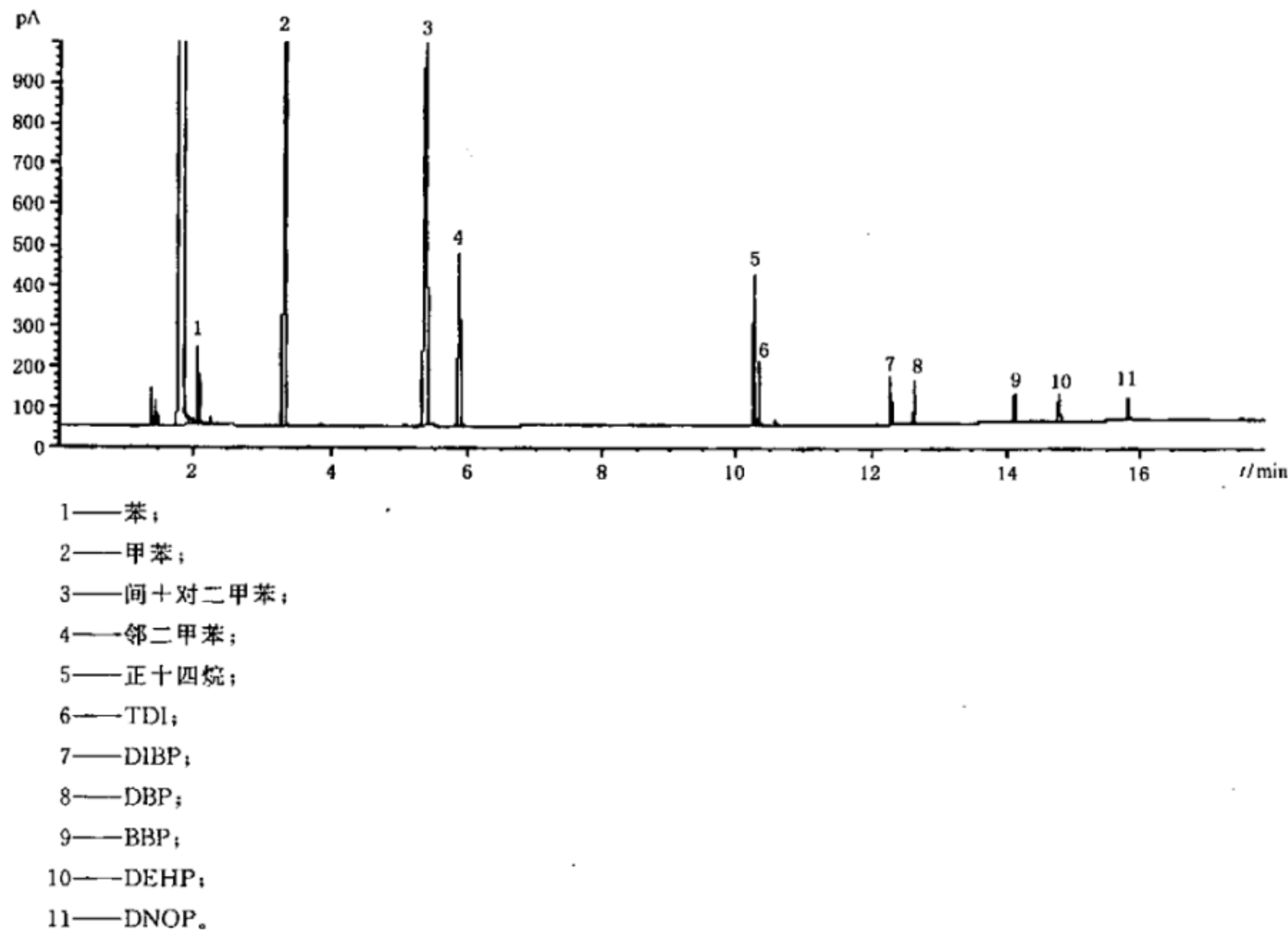


图 D.1 苯、甲苯、二甲苯和邻苯二甲酸酯类增塑剂的气相色谱图

附录 E  
(资料性附录)

苯、甲苯、二甲苯和邻苯二甲酸酯类增塑剂的液相色谱图

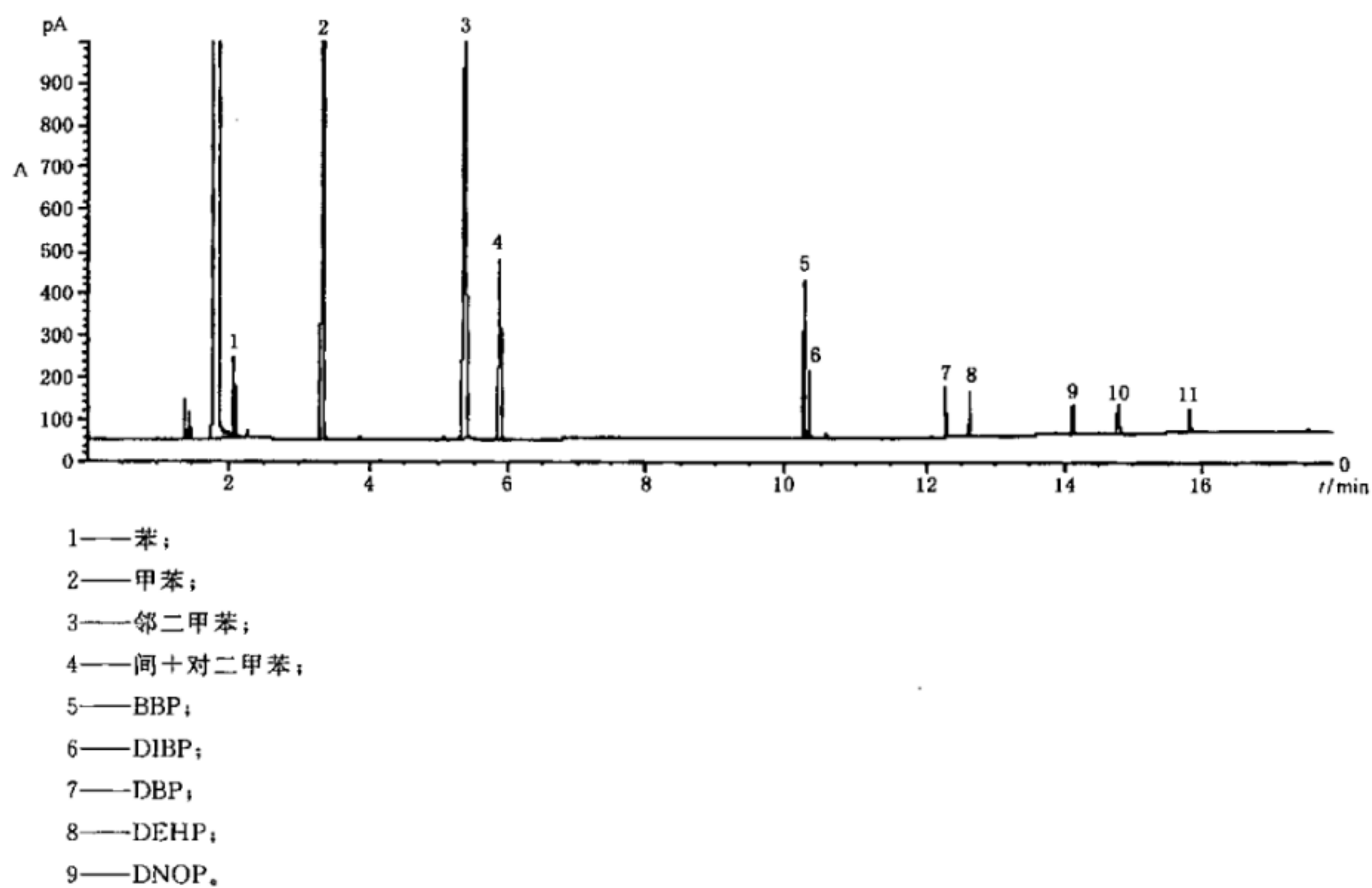


图 E.1 苯、甲苯、二甲苯和邻苯二甲酸酯类增塑剂的液相色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口建筑用胶中苯、甲苯、二甲苯、  
游离甲苯二异氰酸酯及邻苯二甲酸酯类  
增塑剂的测定

SN/T 2553—2010

\*

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](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

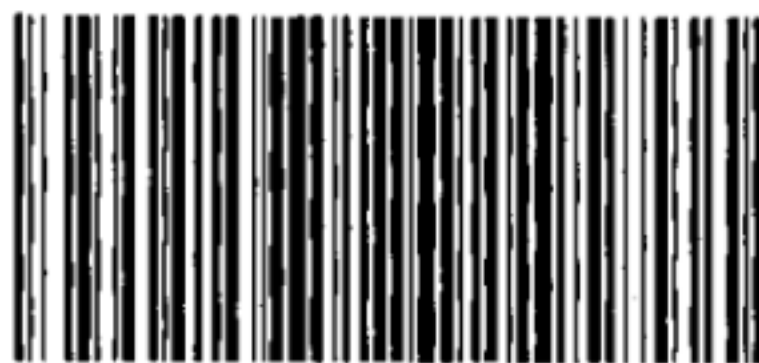
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 33 千字  
2010年10月第一版 2010年10月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号: 155066·2-21126 定价 24.00 元



SN/T 2553-2010