

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2591.2—2010

### 电子电气产品中邻苯二甲酸酯类物质的测定 第2部分：气相色谱-质谱联用法

Determination of phthalates in electrical and electronic equipment—  
Part 2: Gas chromatography-mass spectrum

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

SN/T 2591《电子电气产品中邻苯二甲酸酯类物质的测定》共分为 3 个部分：

- 第 1 部分：气相色谱法；
- 第 2 部分：气相色谱-质谱联用法；
- 第 3 部分：高效液相色谱法；

本部分为 SN/T 2591 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：周明辉、李丹、刘莹峰、郑建国、翟翠萍、王云玉、萧达辉、刘丽、牛增元。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## 电子电气产品中邻苯二甲酸酯类物质的测定

### 第2部分:气相色谱-质谱联用法

#### 1 范围

本部分规定了电子电气产品塑料部件中 15 种邻苯二甲酸酯类物质的气相色谱-质谱测定方法。  
本部分适用于电子电气产品塑料部件中 15 种邻苯二甲酸酯类物质的测定。

#### 2 方法提要

试样经冷冻粉碎后用甲醇+三氯甲烷(1+2)混合溶剂萃取,萃取液过滤后,用气相色谱-质谱联用仪(GC/MS)测定,外标法定量。

#### 3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯。

##### 3.1 甲醇。

##### 3.2 三氯甲烷。

##### 3.3 萃取液:甲醇+三氯甲烷(1+2)。

##### 3.4 邻苯二甲酸酯类物质:标准品,纯度 $\geq 98\%$ 。15 种邻苯二甲酸酯类物质的中文名称、英文名称、英文缩写、化学文摘编号和分子式见附录 A。

##### 3.5 邻苯二甲酸酯类物质标准储备溶液:准确称取适量的邻苯二甲酸酯类物质标准品(3.4),精确至 0.1 mg,分别用甲醇(3.1)溶解并定容。配制成浓度为 500 mg/L 的标准储备溶液。

##### 3.6 邻苯二甲酸酯类物质混合标准工作溶液的配制:分别移取浓度为 500 mg/L 的邻苯二甲酸酯类物质(3.5)标准储备溶液适量体积,置于同一个容量瓶内,用甲醇(3.1)稀释,配制成所需浓度的混合标准工作溶液。

#### 4 仪器和设备

##### 4.1 气相色谱/质谱联用仪(GC/MSD):带 EI 源。

##### 4.2 微波萃取仪。

##### 4.3 粉碎机或类似设备。

##### 4.4 移液管:10 mL。

##### 4.5 针式过滤头:0.45 $\mu\text{m}$ 。

#### 5 样品制备

将样品破碎成小于 1 cm $\times$ 1 cm 的小块,经液氮冷冻后,用粉碎机(4.3)破碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。

## 6 分析步骤

### 6.1 萃取

称取 0.2 g 粉碎后的样品,精确至 0.000 1 g,放入萃取罐中,用移液管准确加入 10 mL 萃取液(3.3),将萃取罐置于微波萃取仪(4.2)中,在 70 °C±2 °C 萃取 2 h,取出后冷却到室温。溶液经针式过滤头(4.5)过滤后,供气相色谱-质谱仪测定。

### 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仪器,因此不可能给出气相色谱-质谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下列给出的参数证明是可行的。

- a) 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),DB-5 MS 石英毛细管柱或相当者;
- b) 色谱柱温度:  
100 °C(1 min)15 °C/min 250 °C(1 min)5 °C/min 280 °C(10 min);
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 色谱-质谱接口温度:280 °C;
- e) 离子源温度:230 °C;
- f) 四极杆温度:150 °C;
- g) 载气:氮气,纯度≥99.999%,1.0 mL/min;
- h) 进样方式:不分流进样,0.75 min 后开阀;
- i) 电离方式:EI;
- j) 电离能量:70 eV;
- k) 扫描方式:全扫描(Scan);
- l) 进样量:1 μL;
- m) 溶剂延迟:4 min。

#### 6.2.2 定性分析

按上述分析条件(6.2.1)对混合标准工作溶液(3.6)及待测样液进行分析,根据色谱峰的保留时间和附录 B 中表 B.1 中 15 种邻苯二甲酸酯类物质的定性离子进行定性分析。如果样液与混合标准工作溶液的总离子流图(TIC)中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据附录 B 中表 B.1 的参考定性离子对其确诊。

#### 6.2.3 定量分析

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的混合标准工作液(3.6),混合标准工作液(3.6)和待测样液中邻苯二甲酸酯类物质的响应值均应在仪器检测的线性范围内。按上述分析条件(6.2.1)对混合标准溶液(3.6)及待测样液等体积参插进样测定。如果试液的检测响应值超出仪器检测的线性范围,可适当稀释后测定。

根据附录 B 中表 B.1 的参考定量离子提取相应的定量离子的峰面积,用外标法定量。对于 DIOP、DINP 和 DIDP,由于包含不可分离的同分异构体,其色谱峰为一系列的“五指峰”,它们之间存在谱峰的部分重叠,因此选取它们互不相同且相对具有一定特征的碎片进行定量。DIOP、DINP 和 DIDP 应分别将其所有同分异构体的提取离子色谱图中色谱峰组的基线拉平后积分,计算其面积的总和,按式(1)计

算每种邻苯二甲酸酯类物质含量。在上述气相色谱-质谱条件(6.2.1)下,邻苯二甲酸酯类物质的气相色谱-质谱总离子流图参见附录 C 中的图 C.1。DIOP、DINP 和 DIDP 的提取离子色谱图参见附录 D 中的图 D.1。

6.3 空白试验

随同试样进行空白试验。

6.4 结果计算

试样中邻苯二甲酸酯类物质含量按式(1)进行计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{i,b}) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_i$ ——试样中邻苯二甲酸酯类物质的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c_i$ ——样液中邻苯二甲酸酯类物质的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_{i,b}$ ——空白中邻苯二甲酸酯类物质的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$ ——样液的体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以每种邻苯二甲酸酯类物质的检测结果分别表示,计算结果精确到小数点后一位。

7 测定低限

本方法中每种邻苯二甲酸酯类物质的测定低限均为 50 mg/kg。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。



附 录 A  
(规范性附录)

15 种邻苯二甲酸酯类物质的中文名称、英文名称、英文缩写、化学文摘编号和分子式

15 种邻苯二甲酸酯类物质的中文名称、英文名称、英文缩写、化学文摘编号和分子式见表 A.1。

表 A.1 15 种邻苯二甲酸酯类物质的中文名称、英文名称、英文缩写、化学文摘编号和分子式

序号	中文名称	英文名称	英文缩写	CAS 号	分子式
1	邻苯二甲酸二甲酯	Dimethyl phthalate	DMP	131-11-3	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>
2	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl phthalate	DEP	84-66-2	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>
3	邻苯二甲酸二丙酯	Dipropyl phthalate	DPrP	131-16-8	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> O <sub>4</sub>
4	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	DBP	84-74-2	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>
5	邻苯二甲酸二异丁酯	Diisobutyl phthalate	DIBP	84-69-5	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>
6	邻苯二甲酸二正戊酯	Di-n-pentyl phthalate	DNPP	131-18-0	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>
7	邻苯二甲酸二正己酯	Di-n-heptyl phthalate	DHP	84-75-3	C <sub>20</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>
8	邻苯二甲酸二辛酯	Di-n-octyl phthalate	DNOP	117-84-0	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>
9	邻苯二甲酸二异辛酯	Diisooctyl phthalate	DIOP	27554-26-3	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>
10	邻苯二甲酸二苯基酯	Diphenyl phthalate	DPhP	84-62-8	C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>
11	邻苯二甲酸苯基丁基酯	Benzyl butyl phthalate	BBP	85-68-7	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>
12	邻苯二甲酸二乙基己基酯	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	BEHP	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>
13	邻苯二甲酸二环己酯	Dicyclohexyl phthalate	DCHP	84-61-7	C <sub>20</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>
14	邻苯二甲酸二异壬酯	Diisononyl phthalate	DNIP	28553-12-0	C <sub>26</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>
15	邻苯二甲酸二异癸酯	Disodecyl phthalate	DIDP	26761-40-0	C <sub>28</sub> H <sub>46</sub> O <sub>4</sub>

附 录 B  
(规范性附录)

15 种邻苯二甲酸酯类物质的分子量、定性离子和定量离子

15 种邻苯二甲酸酯类物质的分子量、定性离子和定量离子见表 B.1。

表 B.1 邻苯二甲酸酯类物质的分子量、定性离子和定量离子

序号	化学名称	分子量	特征碎片离子 (amu)	
			定性	定量
1	邻苯二甲酸二甲酯	194	163, 77, 135, 194	163
2	邻苯二甲酸二乙酯	222	149, 177, 222	149
3	邻苯二甲酸二丙酯	250	149, 191, 209	149
4	邻苯二甲酸二丁酯	278	149, 223, 150, 205	149
5	邻苯二甲酸二异丁酯	278	149, 223, 167, 205	149
6	邻苯二甲酸二正戊酯	306	149, 237, 219, 121	149
7	邻苯二甲酸二正己酯	334	149, 251, 233	149
8	邻苯二甲酸二辛酯	390	149, 279, 167, 261	149
9	邻苯二甲酸二异辛酯	390	279, 149, 167, 113	279
10	邻苯二甲酸二苯基酯	318	225, 77, 153	225
11	邻苯二甲酸苯基丁基酯	312	149, 91, 206, 238	149
12	邻苯二甲酸二乙基己基酯	390	149, 167, 279, 113	149
13	邻苯二甲酸二环己酯	330	149, 167, 249, 83	149
14	邻苯二甲酸二异壬酯	418	293, 149, 167, 127	293
15	邻苯二甲酸二异癸酯	446	307, 149, 167	307

附 录 C  
(资料性附录)

邻苯二甲酸酯类物质典型气相色谱-质谱选择离子色谱图

邻苯二甲酸酯类物质典型气相色谱-质谱选择离子色谱图见图 C. 1。

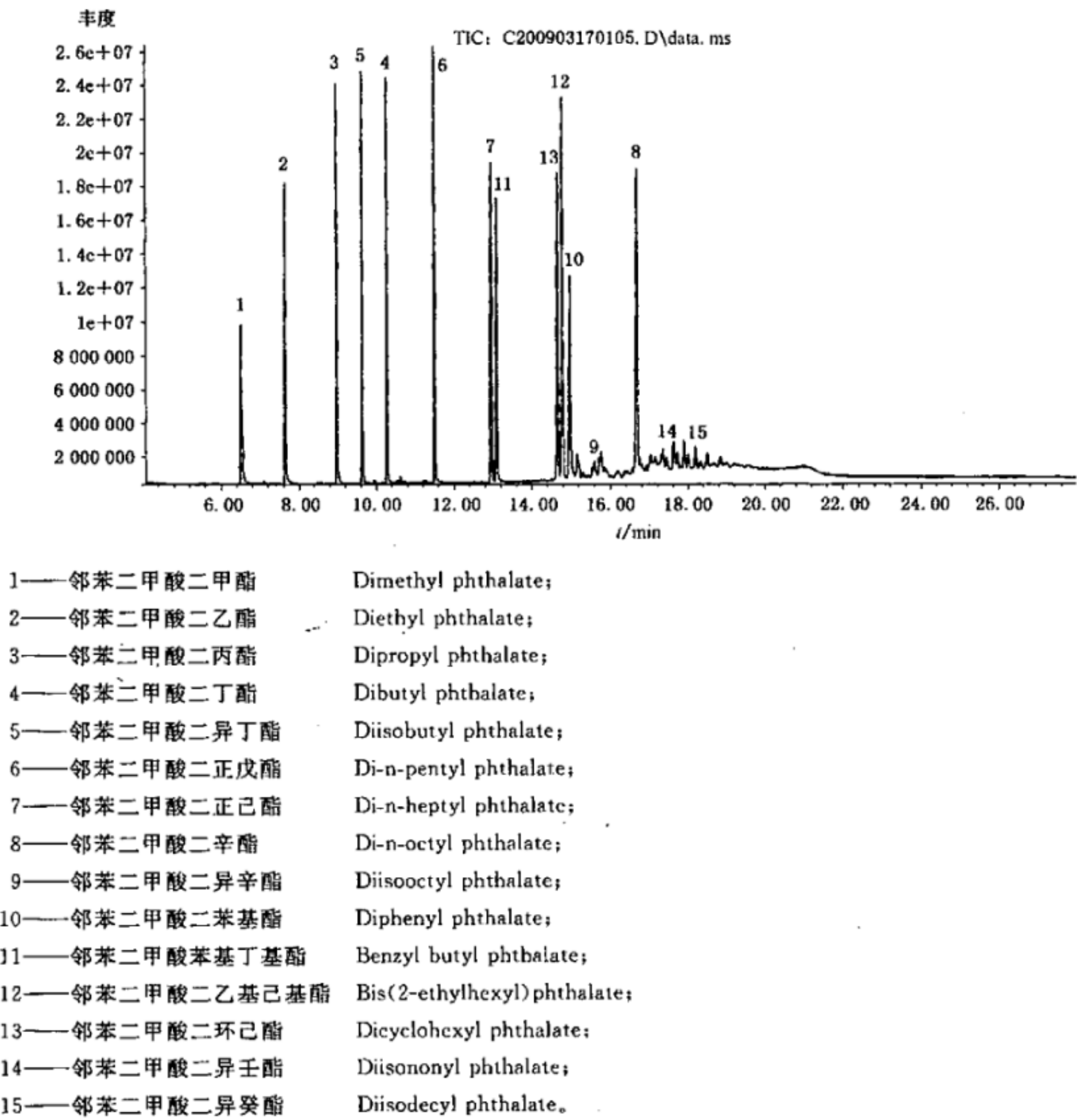


图 C. 1 邻苯二甲酸酯类物质的典型气相色谱-质谱选择离子色谱图



附录 D  
(资料性附录)

DIOP、DINP 和 DIDP 的提取离子色谱图

DIOP、DINP 和 DIDP 的提取离子色谱图见图 D.1~图 D.3。

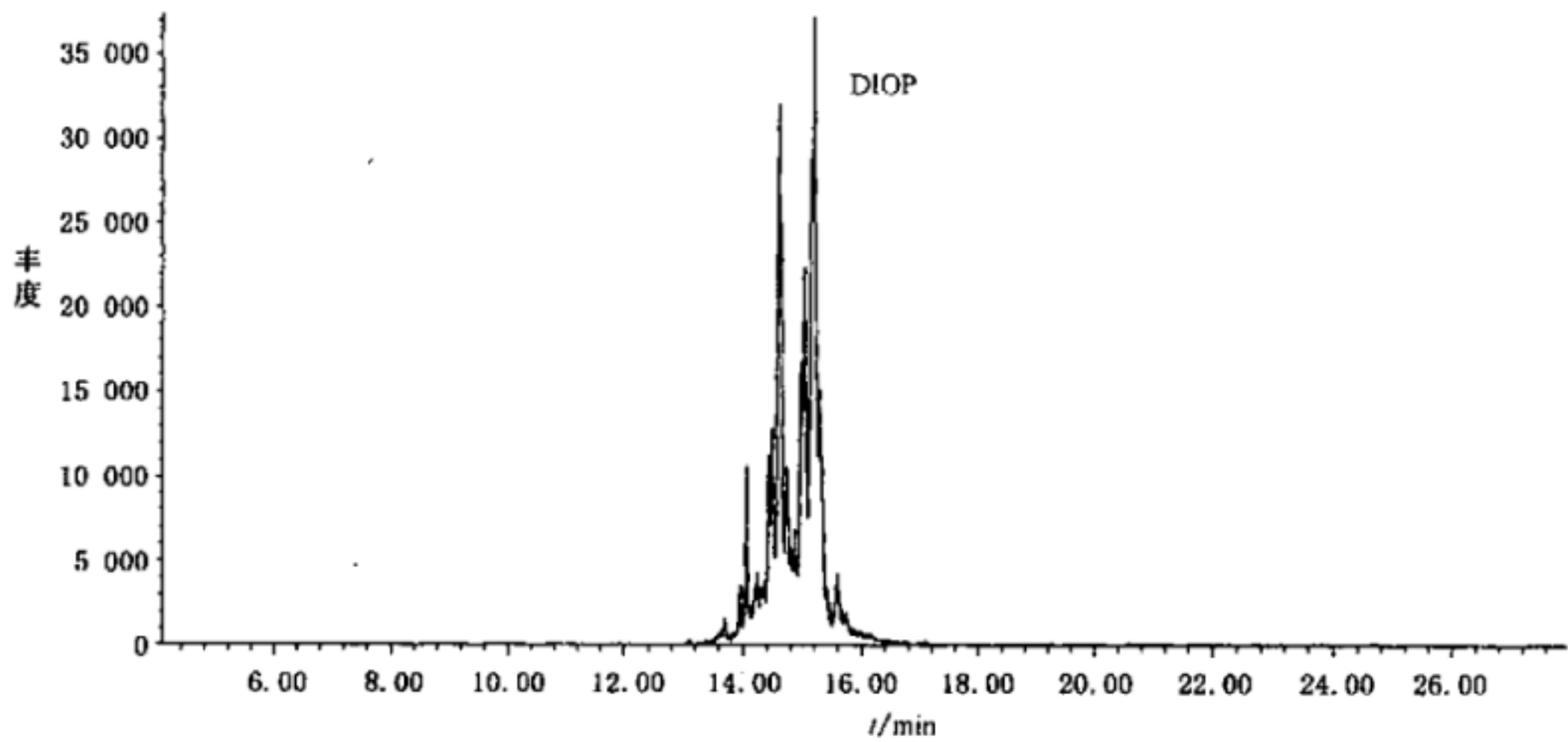


图 D.1 邻苯二甲酸二异辛酯(DIOP)的提取离子色谱图( $m/Z=279$ )

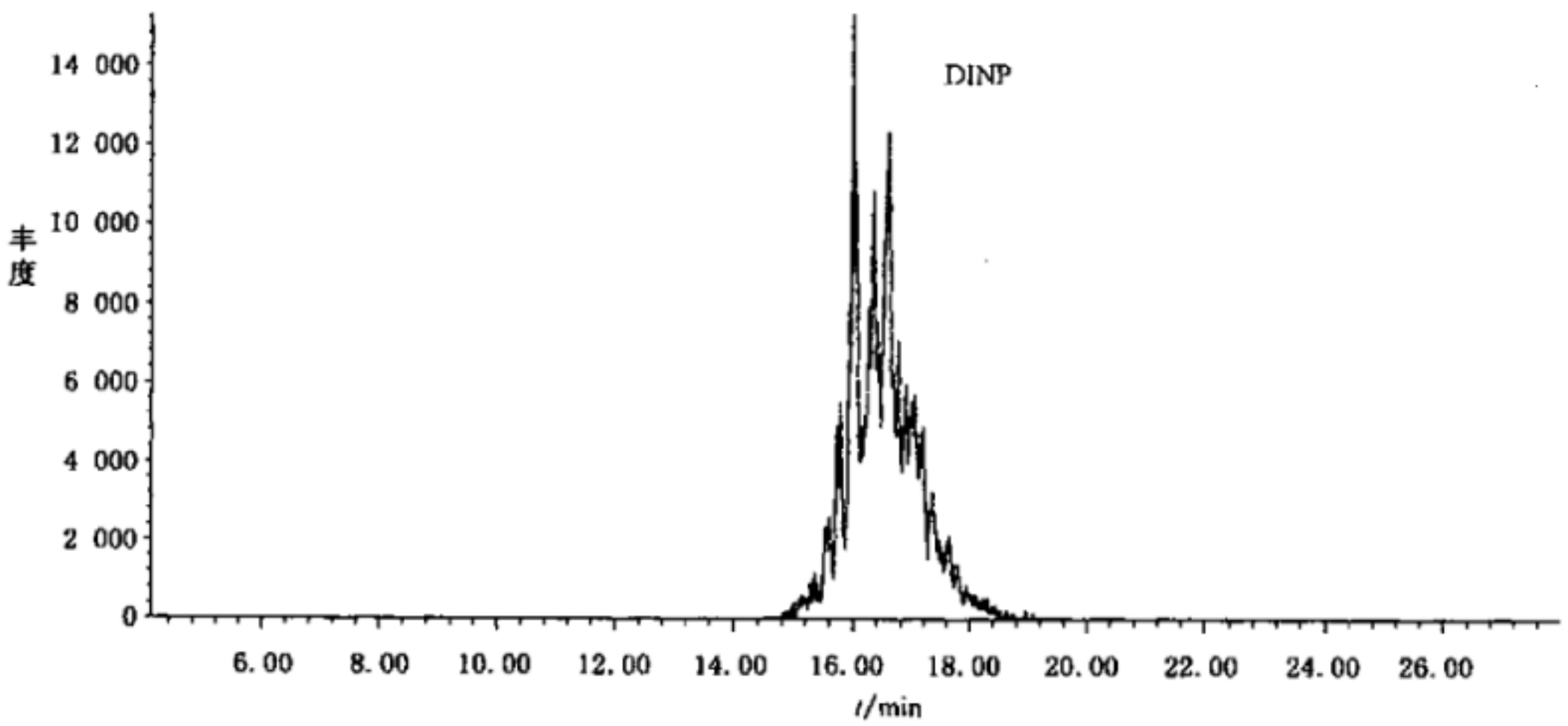


图 D.2 邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)的提取离子色谱图( $m/Z=293$ )

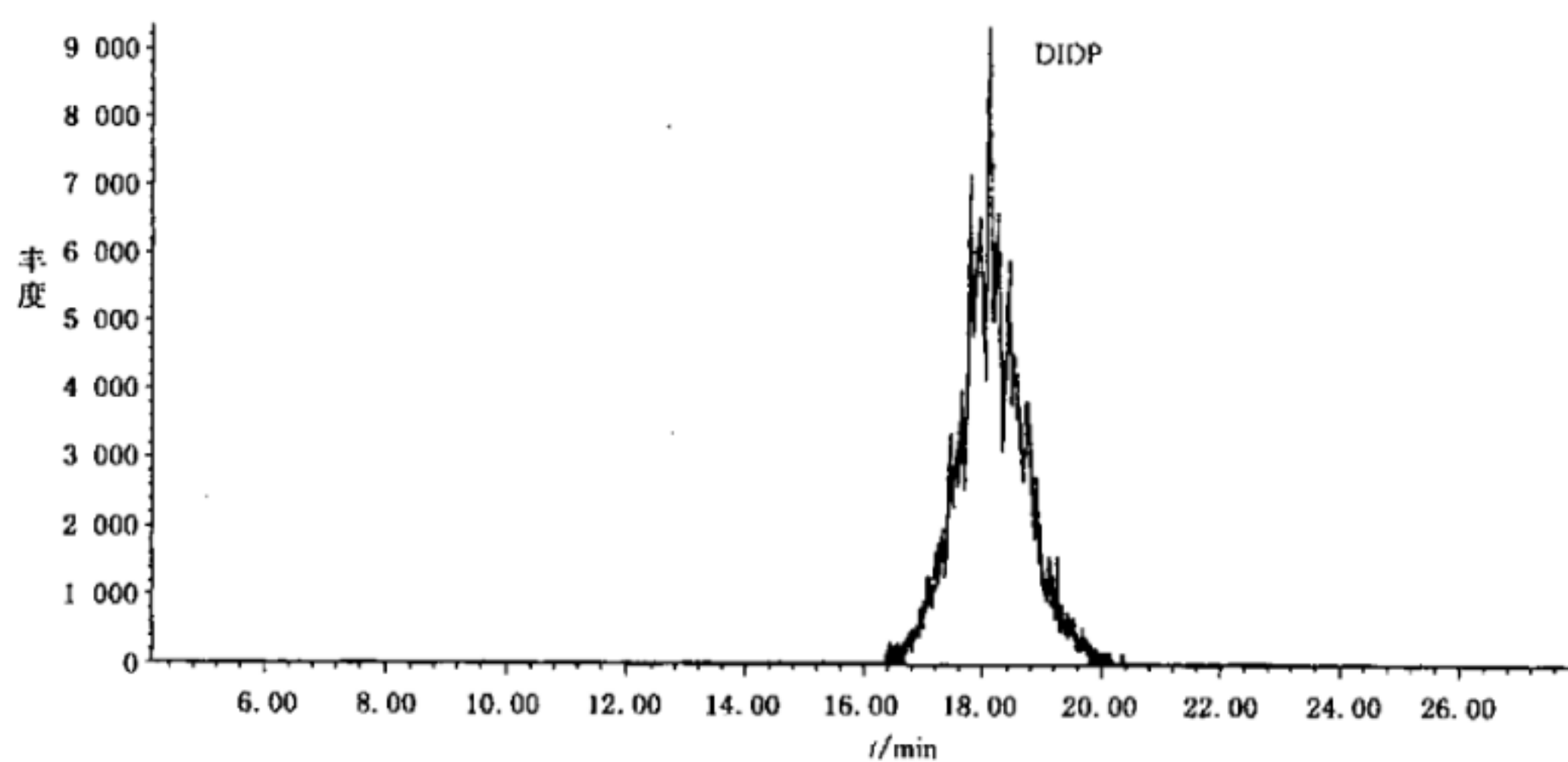
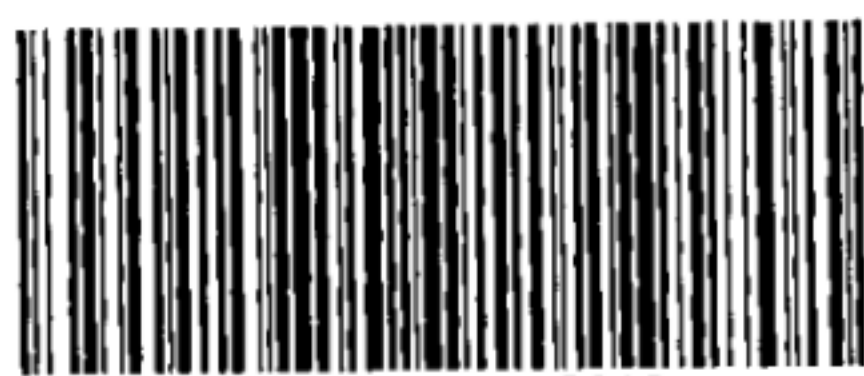


图 D.3 邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)的提取离子色谱图( $m/z=307$ )



SN/T 2591.2-2010

书号:155066·2-21129

定价: 16.00 元