

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2591.3—2010

电子电气产品中 邻苯二甲酸酯类物质的测定 第3部分：高效液相色谱法

Determination of phthalates in electrical and electronic equipment—
Part 3: High performance liquid chromatography

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 3 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、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘莹峰、郑建国、李全忠、周明辉、翟翠萍、叶曦雯、萧达辉、岳大磊。

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3部分：高效液相色谱法

1 范围

本部分规定了电子电气产品塑料部件中 11 种邻苯二甲酸酯类物质的高效液相色谱测定方法。
本部分适用于电子电气产品塑料部件中 11 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)混合溶剂经微波萃取,萃取液用氮气吹干后再用甲醇溶解,过滤后,用高效液相色谱仪(HPLC)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,水为二级水。

3.1 甲醇:色谱纯。

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 $\geq 98\%$ 。11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 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器(DAD)。

4.2 微波萃取仪:配有聚四氟乙烯材质的萃取罐。

4.3 粉碎机或类似设备。

4.4 离心管:10 mL。

4.5 移液管:2 mL,10 mL。

4.6 氮吹仪。

4.7 针式过滤头:0.45 μm 。

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,并在 70℃±2℃萃取 2 h,取出后冷却到室温。用移液管准确移取 2.0 mL 萃取液置于 10 mL 离心管(4.4)内,用氮气吹至近干,准确移取 2.0 mL 甲醇(3.1)加入上述离心管中,混匀,经针式过滤头(4.7)过滤后,供高效液相色谱仪测定。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出液相色谱分析的通用参数。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:ZORBAX®SB-C18 色谱柱 5.0 μm,250 mm×4.6 mm(内径)或相当者;
- b) 柱温:40℃;
- c) 流动相 A:水,见表 1;
- d) 流动相 B:甲醇,见表 1;
- e) 梯度见表 1;
- f) 检测波长:205 nm;
- g) 进样量:10 μL。

表 1 流动相及流速

时间/min	流速/(mL/min)	流动相 A/%	流动相 B/%
0	0.8	35.0	65.0
25	0.8	0	100
35	0.8	0	100

6.2.2 液相色谱测定

根据样液中被测物含量情况,用外标法定量,采用色谱峰的保留时间进行定性,必要时用 GC/MS 确证。混合标准工作溶液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。所得邻苯二甲酸酯类物质名称参见附录 A 中的表 A.1,保留时间参见附录 B 中的表 B.1,典型液相色谱图参见附录 C 中的图 C.1。

6.2.3 空白试验

随同试样进行空白试验。

6.2.4 结果计算

试样中每种邻苯二甲酸酯类物质含量按式(1)进行计算:

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

.....(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)

11 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

11 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 11 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 ₁₀ H ₁₀ O ₄
2	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl phthalate	DEP	84-66-2	C ₁₂ H ₁₄ O ₄
3	邻苯二甲酸二丙酯	Dipropyl phthalate	DPrP	131-16-8	C ₁₄ H ₁₈ O ₄
4	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	DBP	84-74-2	C ₁₆ H ₂₂ O ₄
5	邻苯二甲酸二正戊酯	Di-n-pentyl phthalate	DNPP	131-18-0	C ₁₈ H ₂₆ O ₄
6	邻苯二甲酸二正己酯	Di-n-heptyl phthalate	DHP	84-75-3	C ₂₀ H ₃₀ O ₄
7	邻苯二甲酸二辛酯	Di-n-octyl phthalate	DNOP	117-84-0	C ₂₄ H ₃₈ O ₄
8	邻苯二甲酸二苯基酯	Diphenyl phthalate	DPhP	84-62-8	C ₂₀ H ₁₄ O ₄
9	邻苯二甲酸苯基丁基酯	Benzyl butyl phthalate	BBP	85-68-7	C ₁₉ H ₂₀ O ₄
10	邻苯二甲酸二乙基己基酯	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	DEHP	117-81-7	C ₂₄ H ₃₈ O ₄
11	邻苯二甲酸二环己酯	Dicyclohexyl phthalate	DCHP	84-61-7	C ₂₀ H ₂₆ O ₄

附录 B
(资料性附录)

11 种邻苯二甲酸酯类物质液相色谱保留时间

11 种邻苯二甲酸酯类物质液相色谱保留时间见表 B.1。

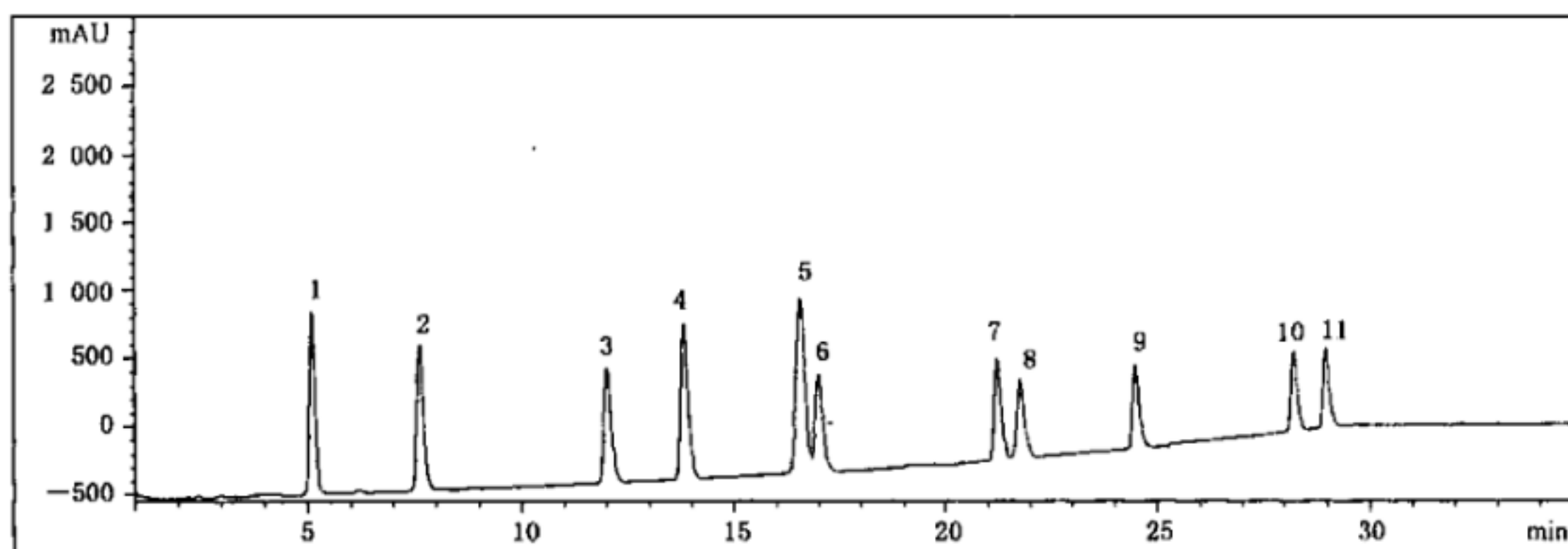
表 B.1 11 种邻苯二甲酸酯类物质液相色谱保留时间

色谱峰编号	保留时间/min	中文名称	英文名称
1	5.09	邻苯二甲酸二甲酯	Dimethyl phthalate
2	7.60	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl phthalate
3	12.00	邻苯二甲酸二丙酯	Dipropyl phthalate
4	13.81	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate
5	16.56	邻苯二甲酸二正戊酯	Di-n-pentyl phthalate
6	16.99	邻苯二甲酸二正己酯	Di-n-heptyl phthalate
7	21.21	邻苯二甲酸二辛酯	Di-n-octyl phthalate
8	21.75	邻苯二甲酸二苯基酯	Diphenyl phthalate
9	24.47	邻苯二甲酸苯基丁基酯	Benzyl butyl phthalate
10	28.20	邻苯二甲酸二乙基己基酯	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
11	28.96	邻苯二甲酸二环己酯	Dicyclohexyl phthalate

附录 C
(资料性附录)

邻苯二甲酸酯类物质典型液相色谱图

邻苯二甲酸酯类物质典型液相色谱图见图 C.1。



- | | |
|-----------------|------------------------------|
| 1——邻苯二甲酸二甲酯 | Dimethyl phthalate; |
| 2——邻苯二甲酸二乙酯 | Diethyl phthalate; |
| 3——邻苯二甲酸二丙酯 | Dipropyl phthalate; |
| 4——邻苯二甲酸二丁酯 | Dibutyl phthalate; |
| 5——邻苯二甲酸二正戊酯 | Di-n-pentyl phthalate; |
| 6——邻苯二甲酸二正己酯 | Di-n-heptyl phthalate; |
| 7——邻苯二甲酸二辛酯 | Di-n-octyl phthalate; |
| 8——邻苯二甲酸二苯基酯 | Diphenyl phthalate; |
| 9——邻苯二甲酸苯基丁基酯 | Benzyl butyl phthalate; |
| 10——邻苯二甲酸二乙基己基酯 | Bis(2-ethylhexyl) phthalate; |
| 11——邻苯二甲酸二环己酯 | Dicyclohexyl phthalate. |

图 C.1 邻苯二甲酸酯类物质典型液相色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电子电气产品中
邻苯二甲酸酯类物质的测定
第 3 部分:高效液相色谱法
SN/T 2591.3—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

电话:68523946 68517548

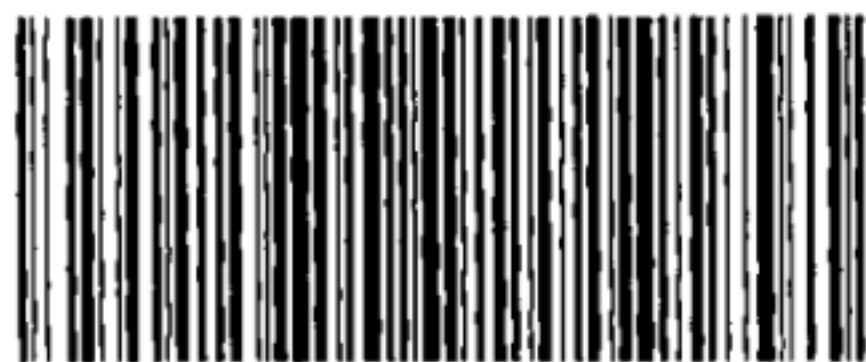
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 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 · 2-21130 定价 16.00 元



SN/T 2591.3-2010