SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2593.1—2010

电子电气产品中多环芳烃的测定
第 1 部分:高效液相色谱法

Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in electrical and electronic equipment—Part 1: High performance liquid chromatography

2010-05-27 发布　　2010-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前　言

SN/T 2593《电子电气产品中多环芳烃的测定》共分为 2 部分：

——第 1 部分：高效液相色谱法；

——第 2 部分：气相色谱-质谱法。

本部分为 SN/T 2593 的第 1 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、中华人民共和国南京出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：周明辉、刘莹峰、李全忠、郑建国、翟翠萍、李丹、刘志红、吴璟。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

电子电气产品中多环芳烃的测定
第1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多环芳烃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多环芳烃的测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbons;PAHs

含两个或两个以上稠合芳香环的芳香烃。环上也可有短的烷基或环烷基取代基。本部分中16种多环芳烃的中文名称、英文名称和化学文摘编号见附录A。

3 方法提要

试样经冷冻粉碎后用正己烷+二氯甲烷(3+2)混合溶剂萃取,萃取液浓缩后,经硅胶柱净化后,浓缩定容,用高效液相色谱仪进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.1 正己烷。

4.2 正戊烷。

4.3 丙酮。

4.4 二氯甲烷。

4.5 乙腈:色谱纯。

4.6 环己烷。

4.7 甲苯。

4.8 正己烷+二氯甲烷(3+2)。

4.9 乙腈+丙酮+甲苯(6+3+1)。

4.10 PAHs标准品,纯度≥98%。

4.11 PAHs标准储备溶液:准确称取适量的PAHs标准品(4.10),精确至0.1 mg,分别用乙腈+丙酮+甲苯(4.9)溶解并定容。配制成浓度为100 mg/L的标准储备溶液。

4.12 PAHs混合标准工作溶液的配制:分别移取浓度为100 mg/L的PAHs(4.11)标准溶液适量体积,置于同一个容量瓶内,用乙腈+丙酮+甲苯(4.9)稀释,配制成所需浓度的混合标准工作溶液。

4.13 硅胶固相萃取柱(6 mL,2 g):用5 mL正戊烷(4.2)活化,并保持润湿。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪:配二极管阵列检测器(DAD)。

5.2 快速溶剂萃取仪(ASE)。

5.3 粉碎机或类似设备。

5.4 旋转蒸发仪。

5.5 固相萃取装置。

5.6 氮吹仪。

5.7 离心管:具塞,10 mL。

5.8 圆底烧瓶:100 mL。

6 样品制备

将样品破碎成小于 1 cm×1 cm 的小块,经液氮冷冻后,用粉碎机(5.3)破碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。

7 分析步骤

7.1 萃取

称取 2 g 粉碎后的样品,精确至 0.001 g,放入快速溶剂萃取仪(5.2)的萃取池中,用正己烷+二氯甲烷(4.8)萃取,萃取温度为 60 ℃,以 10 mL 萃取溶剂静态萃取 10 min,重复 1 次。萃取完毕后将萃取液倒入 100 mL 圆底烧瓶(5.8),用溶剂(4.8)2 mL 清洗萃取接收瓶,并入萃取液。萃取液用旋转蒸发仪浓缩至接近 1 mL,转移至具塞试管(5.7),用 2 mL 正己烷+二氯甲烷(4.8)清洗圆底烧瓶,并入 10 mL 具塞离心管(5.7),用氮气吹干,加入 2 mL 环己烷(4.6),超声溶解完全后,待净化。

7.2 净化

将经 7.1 处理后的样品溶液,转移至已活化的硅胶小柱(4.13),控制流速为每 2 s 1 滴。用 2 mL 正戊烷(4.2)洗涤具塞试管后淋洗硅胶小柱(4.13),弃去该淋洗液,再用 6 mL 正己烷+二氯甲烷(4.8)进行洗脱,收集洗脱液,用微弱的氮气流吹干,准确地加入 2.0 mL 乙腈+丙酮+甲苯(4.9)超声溶解完全后,供高效液相色谱仪测定。

7.3 测定

7.3.1 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:LC-PAH 色谱柱 5.0 μm,250 mm×3.0 mm(内径)或相当者;

b) 柱温:25 ℃;

c) 流动相及流速:见表 1;

d) 检测波长:220 nm,254 nm,270 nm;

e) 进样量:20 μL。

表 1 流动相及流速

时间/min	流速/(mL/min)	乙腈/%	水/%
0	0.6	50	50
10	0.6	70	30
13	0.6	100	0
30	0.6	100	0
33	0.6	50	50

7.3.2 液相色谱定性及定量分析

按规定的色谱条件(7.3.1)对 PAHs 混合标准溶液(4.11)及待测样液进行分析,根据色谱峰的保留时间定性。外标法定量。所得多环芳烃的保留时间参见附录 B 中的表 B.1,典型液相色谱图参见附

录 C 中的图 C.1。

7.4 空白试验

随同试样进行空白试验。

8 结果计算

试样中多环芳烃含量可由式(1)计算：

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

式中：

X_i——试样中多环芳烃的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c_i——样液中多环芳烃的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$c_{i,b}$——空白中多环芳烃的浓度，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)。

试验结果以每种多环芳烃的检测结果分别表示，计算结果精确到小数点后一位。

9 测定低限

16 种多环芳烃的测定低限见表 2。

表 2 16 种多环芳烃的测定低限

序号	化合物名称	测定低限 mg/kg	序号	化合物名称	测定低限 mg/kg
1	萘	0.1	9	苯并[a]蒽	0.1
2	苊烯	0.1	10	屈	0.1
3	苊	0.1	11	苯并[b]荧蒽	0.1
4	芴	0.1	12	苯并[k]荧蒽	0.1
5	菲	0.1	13	苯并[a]芘	0.1
6	蒽	0.1	14	茚苯[1,2,3-cd]芘	0.1
7	荧蒽	0.1	15	二苯并[a,h]蒽	0.1
8	芘	0.1	16	苯并[g,h,i]苝(二萘嵌苯)	0.1

10 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）
16 种多环芳烃的英文名称、中文名称和化学文摘编号

16 种多环芳烃的英文名称、中文名称和化学文摘号见表 A.1。

表 A.1　16 种多环芳烃的英文名称、中文名称和化学文摘编号

序号	英文名称	中文名称	CAS No.
1	Naphthalene	萘	91-20-3
2	Acenaphthylene	苊烯	208-96-8
3	Acenaphthene	苊	83-32-9
4	Fluorine	芴	86-73-7
5	Phenanthrec	菲	85-01-8
6	Anthracene	蒽	120-12-7
7	Fluoranthene	荧蒽	206-44-0
8	Pyrene	芘	129-00-0
9	Benzo[a]anthracene	苯并[a]蒽	56-55-3
10	Chrysene	䓛	218-01-9
11	Benzo[b]fluoranthene	苯并[b]荧蒽	205-99-2
12	Benzo[k]fluoranthene	苯并[k]荧蒽	207-08-9
13	Benzo[a]pyrene	苯并[a]芘	50-32-8
14	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	茚苯[1,2,3-cd]芘	193-39-5
15	Dibenzo[a,h]anthracene	二苯并[a,h]蒽	53-70-3
16	Benzo[g,h,i]perylene	苯并[g,h,i]苝（二萘嵌苯）	191-24-2

附 录 B
（资料性附录）
16 种多环芳烃的检测波长和液相色谱保留时间

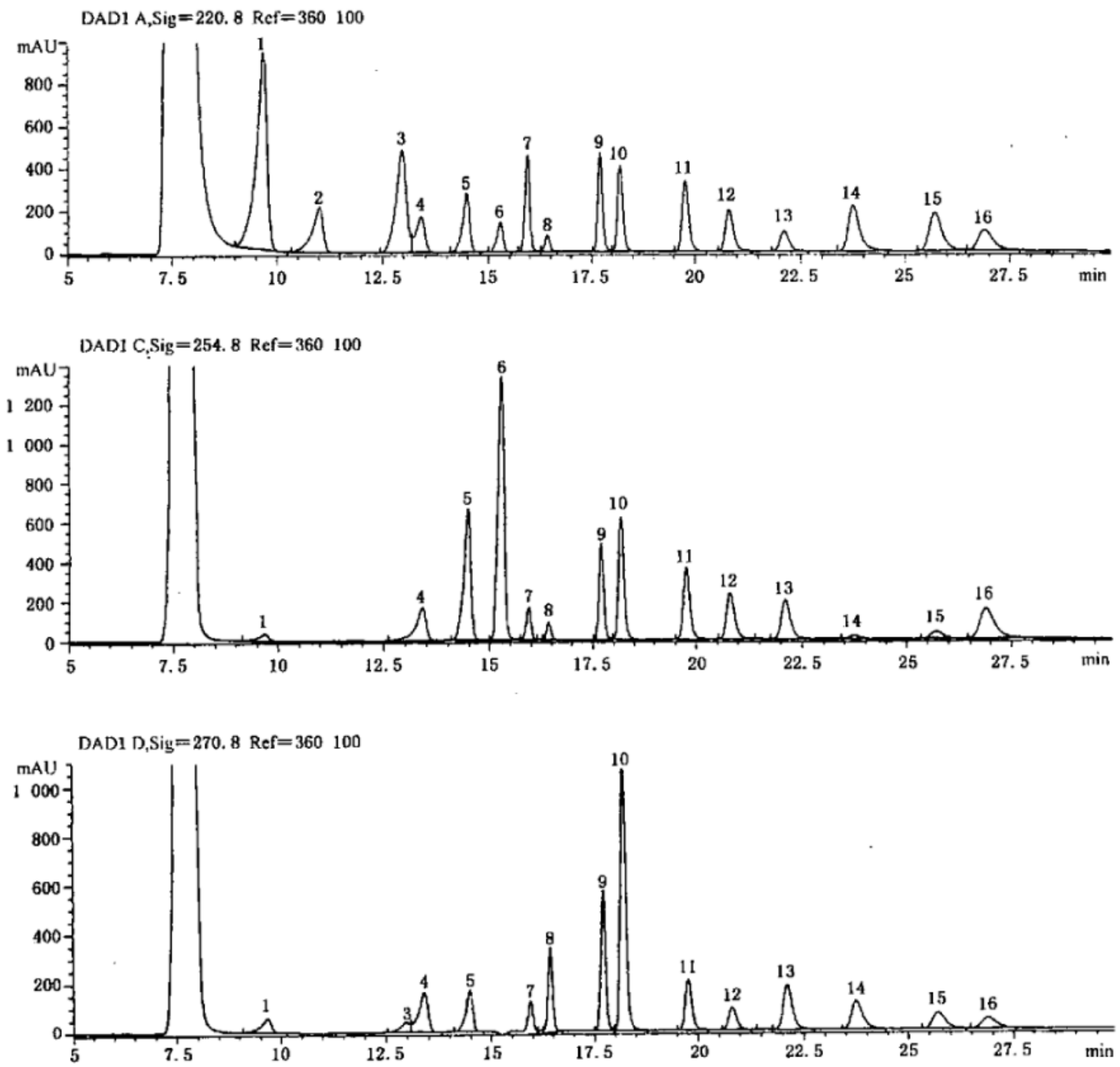
16 种多环芳烃的检测波长和液相色谱保留时间见表 B.1。

表 B.1 16 种多环芳烃的检测波长和液相色谱保留时间

序号	多环芳烃名称	波长/nm	保留时间/min
1	萘 Naphthalene	220	9.69
2	苊烯 Acenaphthylene	220	11.03
3	苊 Acenaphthene	220	12.99
4	芴 Fluorine	254	13.44
5	菲 Phenanthree	254	14.53
6	蒽 Anthracene	254	15.33
7	荧蒽 Fluoranthene	220	15.98
8	芘 Pyrene	270	16.46
9	苯并[a]蒽 Benzo[a]anthracene	220	17.75
10	屈 Chrysene	270	18.24
11	苯并[b]荧蒽 Benzo[b]fluoranthene	254	19.86
12	苯并[k]荧蒽 Benzo[k]fluoranthene	254	20.92
13	苯并[a]芘 Benzo[a]pyrene	254	22.24
14	二苯并[a,h]蒽 Dibenzo[a,h]anthracene	220	23.93
15	苯并[g,h,i]苝(二萘嵌苯)Benzo[g,h,i]perylene	220	25.90
16	茚苯[1,2,3-cd]芘 Indeno[1,2,3-cd]pyrene	254	27.15

附 录 C
（资料性附录）
多环芳烃典型液相色谱图

多环芳烃典型液相色谱图见图 C.1。



1——萘 Naphthalene；
2——苊烯 Acenaphthylene；
3——苊 Acenaphthene；
4——芴 Fluorine；
5——菲 Phenanthree；
6——蒽 Anthracene；
7——荧蒽 Fluoranthene；
8——芘 Pyrene；
9——苯并[a]蒽 Benzo[a]anthracene；
10——屈 Chrysene；
11——苯并[b]荧蒽 Benzo[b]fluoranthene；
12——苯并[k]荧蒽 Benzo[k]fluoranthene；
13——苯并[a]芘 Benzo[a]pyrene；
14——二苯并[a,h]蒽 Dibenzo[a,h]anthracene；
15——苯并[g,h,i]苝（二萘嵌苯）Benzo[g,h,i]perylene；
16——茚苯[1,2,3-cd]芘 Indeno[1,2,3-cd]pyrene。

图 C.1 多环芳烃典型液相色谱图

SN/T 2593.1—2010

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电子电气产品中多环芳烃的测定
第 1 部分:高效液相色谱法
SN/T 2593.1—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 13 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:155066·2-21131 定价 16.00 元

SN/T 2593.1-2010