

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4006—2013

皮革制品中邻苯二甲酸酯的测定方法

Determination of phthalates in leather products

2013-11-06 发布

2014-06-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、深圳市检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：王成云、李丽霞、林君峰、徐嵘、刘彩明、谢堂堂、褚乃清、麦家超。

皮革制品中邻苯二甲酸酯的测定方法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了皮革制品中邻苯二甲酸酯(具体名称见附录 A)含量的高效液相色谱(HPLC)、气相色谱/质谱-选择离子监测(GC/MS-SIM)测定方法。

本标准适用于皮革及其制品中邻苯二甲酸酯含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

QB/T 1266 毛皮 物理和机械试验 试样的准备和调节

QB/T 1267 毛皮 化学、物理和机械、色牢度试验 取样部位

QB/T 1272 毛皮 化学试验样品的准备

QB/T 2706 皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位

QB/T 2707 皮革 物理和机械试验 试样的准备和调节

QB/T 2716 皮革 化学试验样品的准备

3 原理

试样用正己烷经超声萃取,萃取液经中性氧化铝固相萃取柱净化后,浓缩定容,进行高效液相色谱(HPLC),或气相色谱/质谱-选择离子监测法(GC/MS-SIM)分析,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 正己烷:色谱纯。

4.4 邻苯二甲酸酯标准物质:纯度>95%。

4.5 标准储备溶液:准确称取适量的每种邻苯二甲酸酯标准品(4.4),用甲醇(4.1)溶解,分别配制成立相应浓度的标准储备溶液。

4.6 混合标准工作溶液:准确移取适量的各种邻苯二甲酸酯标准储备溶液(4.5),用甲醇(4.1)配制混合标准溶液,并根据需要用甲醇(4.1)逐级稀释成适用浓度的系列混合标准工作溶液,混合标准工作溶液

浓度参见附录 B 中 B.1 和 B.2。标准储备溶液在 0 ℃~4 ℃冰箱中保存,有效期为 3 个月。混合标准工作溶液在 0 ℃~4 ℃冰箱中保存,有效期为 1 个月。

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器(DAD)。
- 5.2 气相色谱/质谱仪:配质量检测器(MSD)。
- 5.3 旋转蒸发器:可控制温度到 75 ℃,真空度至 30 mbar¹⁾。
- 5.4 超声波发生器:可控温,精度±2 ℃。
- 5.5 氮吹仪。
- 5.6 固相萃取柱(SPE):中性氧化铝,填料 500 mg,柱管体积 6 mL,或相当者。
- 5.7 有机相过滤膜:0.45 μm。

6 试样制备

6.1 取样

6.1.1 标准部位取样

皮革:按 QB/T 2706 的规定进行。毛皮:按 QB/T 1267 的规定进行。

6.1.2 非标准部位取样

采用随机取样方式,样品应具有代表性,并在试验报告中详细记录取样情况。

6.2 试样的制备

- 6.2.1 皮革:按 QB/T 2716 的规定进行。
- 6.2.2 毛皮:按 QB/T 1272 的规定进行,剪切过程中应避免损伤毛被,保持毛被完好。
- 6.2.3 尽可能干净地除去样品上面的胶水、附着物,将试样混匀。剪碎的试样在称重前进行空气调节,皮革按 QB/T 2707 的规定进行,毛皮按 QB/T 1266 的规定进行,试样应及时测定。

6.3 提取

称取试样(6.2)1.0 g,精确至 0.01 g,置于 150 mL 磨口锥形瓶中,加入 25 mL 正己烷(4.3),置于超声波发生器(5.4)中,40 ℃下超声萃取 30 min。过滤,收集萃取液。残渣再次用 25 mL 正己烷(4.3)超声萃取 30 min,合并滤液,于 45 ℃左右的低真空下用旋转蒸发器(5.3)将萃取液浓缩至近干,再用氮气缓慢吹干。用 10 mL 甲醇(4.1)溶解残留物,转移至已用 5 mL 甲醇(4.1)进行预活化的固相萃取柱(5.6)中,用 10 mL 甲醇(4.1)分多次淋洗,收集过柱和淋洗后的洗脱液,于 45 ℃左右的低真空下用旋转蒸发器(5.3)蒸发至近干,置于氮吹仪(5.5)中,室温下用氮气缓慢吹干。用 2 mL 甲醇(4.1)溶解残留物,用 0.45 μm 滤膜(5.7)过滤后进行仪器分析。必要时进行适当稀释后再进行仪器分析。

1) 1 bar=10⁵ Pa。

7 测定

7.1 高效液相色谱法(HPLC)

7.1.1 液相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出液相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证分析时被测定组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数已被证明是可行的:

- a) 色谱柱:Shim-pack XR-ODS ($2.2 \mu\text{m}$), $75 \text{ mm} \times 3.0 \text{ mm}$ (内径),或相当者;
- b) 流量: 0.5 mL/min ;
- c) 柱温: 50°C ;
- d) 检测器:二极管阵列检测器(DAD);
- e) 检测波长: 225 nm ;
- f) 进样量: $1.0 \mu\text{L}$;
- g) 流动相 A:乙腈;
- h) 流动相 B:一级水;
- i) 梯度:见表 1。

表 1 梯度

时间 min	流动相 A %	流动相 B %	递变方式
0	40	60	—
7	47	53	线性
19	64	35	线性
25	71	29	线性
35	86	14	线性
40	91	9	线性
48	95	5	线性

7.1.2 标准工作曲线的制作

按 7.1.1 分析条件进样测定,以邻苯二甲酸酯浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。在上述液相色谱分析条件下,邻苯二甲酸酯标准物混合溶液的液相色谱图参见附录 C。

7.1.3 液相色谱分析

样品溶液(6.3)按 7.1.1 分析条件进样测定。通过比较试样与标准品色谱峰的保留时间和紫外-可见吸收光谱进行定性,测定色谱峰面积,外标法定量。各标准品的紫外-可见吸收光谱参见附录 D。

7.1.4 空白试验

除不加试样外,均按步骤 6.3 进行。

7.1.5 结果计算

按式(1)计算皮革制品中邻苯二甲酸酯的含量:

式中：

x_i ——样品中邻苯二甲酸酯含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——从标准工作曲线上读取的样液中的邻苯二甲酸酯浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_{so} —— 从标准工作曲线上读取的空白溶液中的邻苯二甲酸酯浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V —— 样液最终的定容体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。低于测定低限时,试验结果为未检出。

7.1.6 测定低限

DINP 和 DIDP 的测定低限均为 10.0 mg/kg, 其余 20 种邻苯二甲酸酯的测定低限均为 1.0 mg/kg。

7.1.7 回收率

在试样中定量加入适当已知浓度的标准溶液,按步骤 6.3 进行回收率分析。22 种邻苯二甲酸酯的回收率为 90%~101%。

7.2 气相色谱/质谱-选择离子监测法(GC/MS-SIM)

7.2.1 气相色谱/质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出气相色谱/质谱分析的通用参数。设定的参数应保证分析时被测定组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数已被证明是可行的:

a) 气相色谱条件

- 1) 色谱柱: HP-5MS 石英毛细管柱, 30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚), 或相当者;
2) 色谱柱温度: 90 °C (1 min) $\xrightarrow{15 \text{ °C/min}}$ 210 °C (2 min) $\xrightarrow{5 \text{ °C/min}}$ 240 °C (5 min) $\xrightarrow{5 \text{ °C/min}}$
250 °C (5 min) $\xrightarrow{25 \text{ °C/min}}$ 300 °C (4 min);
3) 传输线温度: 280 °C;
4) 进样口温度: 250 °C;
5) 载气: 氮气, 纯度 \geq 99.999%; 流速 1.0 mL/min;
6) 进样量: 1.0 μL;
7) 进样方式: 分流进样, 分流比 50 : 1, 溶剂延迟: 5.0 min。

b) 质谱条件

- 1) 电离方式:EI;
 - 2) 电离能量:70 eV;
 - 3) 质量扫描范围:40 amu~600 amu;
 - 4) MS 分段扫描:0.0 min~5.0 min, 溶剂延迟; 5.0 min~7.5 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 163; 7.5 min~9.8 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 149; 9.8 min~12.3 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 149、 m/z 59; 12.3 min~15.0 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 149、 m/z 45; 15.0 min~17.0 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 149; 17.0 min~21.0 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 149; 21.0 min~31.2 min, 选择离子监测模式, 监测离子: m/z 279、 m/z 293、 m/z 307、 m/z 279。

7.2.2 标准工作曲线

标准工作溶液按 7.2.1 分析条件进样测定,以 21 种邻苯二甲酸酯浓度为横坐标,峰面积(或峰高)为

纵坐标,绘制标准工作曲线。

7.2.3 GC/MS-SIM 测定及阳性结果确证

样液(6.2)按 7.2.1 分析条件进样测定,依据标准工作曲线(7.2.2),以峰面积(或峰高)定量。在上述气相色谱/质谱分析条件(7.2.1)下,21 种邻苯二甲酸酯标准物的气相色谱/质谱-选择离子监测色谱图参见附录 E。

本标准采用全扫描模式定性,选择离子监测模式定量。如果样液与标准工作溶液在相同保留时间有谱峰出现,则根据表 2 选择离子对其确证。在扣除背景后的样品谱图中,参考定性离子(表 2)均出现,同时定性离子的丰度比与标准物质的定性离子的相对丰度一致,相似度在允许偏差之内(见表 3),可判定为检出。

表 2 21 种邻苯二甲酸酯的参考定性离子及参考定量离子

序号	邻苯二甲酸酯名称	参考定量离子(m/z)	参考定性离子(m/z)	相对丰度比
1	DMP	163	163, 164, 194, 135	100 : 10 : 6 : 7
2	DEP	149	149, 177, 176, 222	100 : 24 : 10 : 3
3	DIPP	149	149, 150, 122, 105	100 : 11 : 6 : 6
4	DALP	149	149, 189, 132, 104	100 : 45 : 26 : 19
5	DPRP	149	149, 150, 191, 209	100 : 14 : 10 : 9
6	DIBP	149	149, 223, 206, 167	100 : 10 : 5 : 2
7	DBP	149	149, 150, 223, 205	100 : 9 : 5 : 4
8	DMOEP	59	59, 149, 193, 251	100 : 33 : 28 : 4
9	DMPP	149	149, 251, 167, 121	100 : 5 : 4 : 2
10	DEOEP	45	45, 72, 149, 221	100 : 85 : 46 : 2
11	DAP	149	149, 150, 219, 237	100 : 9 : 5 : 9
12	DHXP	149	149, 150, 223, 251	100 : 9 : 4 : 11
13	BBP	149	149, 91, 206, 238	100 : 72 : 23 : 4
14	DBOEP	149	149, 223, 205, 278	100 : 14 : 9 : 3
15	DCHP	149	149, 167, 279, 113	100 : 29 : 10 : 9
16	DHP	149	149, 265, 99, 167	100 : 52 : 22 : 10
17	DEHP	149	149, 167, 279, 150	100 : 50 : 33 : 10
18	DNOP	279	279, 390, 261	100 : 3 : 20
19	DINP	293	293, 418, 347	100 : 2 : 6
20	DIDP	307	307, 446, 321	100 : 5 : 8
21	DNP	149	149, 150, 293, 71	100 : 10 : 10 : 5

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许误差

相对离子丰度/%	>50	20~50	10~20	≤ 10
允许的相对偏差/%	± 10	± 15	± 20	± 50

7.2.4 空白试验

除不加试样外,均按步骤 6.3 进行。

7.2.5 结果计算

按式(2)计算皮革制品中邻苯二甲酸酯的含量:

式中：

x_i ——样品中邻苯二甲酸酯含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——从标准工作曲线上读取的样液中的邻苯二甲酸酯浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

c_{i0} ——从标准工作曲线上读取的空白溶液中的邻苯二甲酸酯浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

V —— 样液最终的定容体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。低于测定低限时，试验结果为未检出。

7.2.6 测定低限

DINP 的测定低限为 10.0 mg/kg, DIDP 的测定低限分别为 5.0 mg/kg, DMOEP、DEOEP、DBOEP 的测定低限均为 2.0 mg/kg, 其余 16 种邻苯二甲酸酯的测定低限均为 1.0 mg/kg。

7.2.7 回收率

21 种邻苯二甲酸酯的回收率为 89%~98%。

8 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10% 的情况不超过 5% 为前提。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 样品来源及描述；
 - b) 使用的标准；
 - c) 使用的测试方法；
 - d) 测试结果；
 - e) 任何偏离本标准的细节；
 - f) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
22 种邻苯二甲酸酯

表 A.1 22 种邻苯二甲酸酯

序号	邻苯二甲酸酯名称	英文名称	英文缩写	CAS 编号	化学分子式
1	邻苯二甲酸二烯丙酯	di-allyl phthalate	DALP	131-17-9	C ₁₄ H ₁₄ O ₄
2	邻苯二甲酸二异丙酯	di-isopropyl phthalate	DIPP	605-45-8	C ₂₀ H ₁₈ O ₄
3	邻苯二甲酸二苯酯	diphenyl phthalate	DPP	84-62-8	C ₂₀ H ₁₄ O ₄
4	邻苯二甲酸二(2-甲氧基乙基)酯	1,2-bis-(2-methoxyethyl) phthalate	DMOEP	117-82-8	C ₁₄ H ₁₈ O ₆
5	邻苯二甲酸二(2-乙氧基乙基)酯	bis-(2-ethoxyethyl) phthalate	DEOEP	605-54-9	C ₁₆ H ₂₂ O ₆
6	邻苯二甲酸二(2-丁氧基乙基)酯	bis-(2-n-butoxyethyl) phthalate	DBOEP	117-83-9	C ₂₀ H ₃₀ O ₆
7	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	bis-(4-methyl-2-pentyl) phthalate	DMPP	146-50-9	C ₂₀ H ₃₀ O ₄
8	邻苯二甲酸二甲酯	dimethyl phthalate	DMP	131-11-3	C ₁₀ H ₁₀ O ₄
9	邻苯二甲酸二壬酯	dinonyl phthalate	DNP	84-76-4	C ₂₆ H ₄₂ O ₄
10	邻苯二甲酸二丙酯	di-n-propyl phthalate	DPRP	131-16-8	C ₁₄ H ₁₈ O ₄
11	邻苯二甲酸二丁酯	dibutyl phthalate	DBP	84-74-2	C ₁₆ H ₂₂ O ₄
12	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	di-(2-ethylhexyl) phthalate	DEHP	117-81-7	C ₂₄ H ₃₈ O ₄
13	邻苯二甲酸二正辛酯	di-n-octyl phthalate	DNOP	117-84-0	C ₂₄ H ₃₈ O ₄
14	邻苯二甲酸丁苄酯	butyl benzyl phthalate	BBP	85-68-7	C ₁₉ H ₂₆ O ₄
15	邻苯二甲酸二异壬酯	diisononyl phthalate	DINP	28553-12-0	C ₂₆ H ₄₂ O ₄
16	邻苯二甲酸二戊酯	diamyl phthalate	DAP	131-18-0	C ₁₈ H ₂₆ O ₄
17	邻苯二甲酸二庚酯	di-n-heptyl phthalate	DHP	3648-21-3	C ₂₂ H ₃₄ O ₄
18	邻苯二甲酸二异丁酯	diisobutyl phthalate	DIBP	84-69-5	C ₁₆ H ₂₂ O ₄
19	邻苯二甲酸二环己酯	dicyclohexyl phthalate	DCHP	84-61-7	C ₂₀ H ₂₆ O ₄
20	邻苯二甲酸二己酯	di-n-hexyl phthalate	DHXP	84-75-3	C ₂₀ H ₃₀ O ₄
21	邻苯二甲酸二异癸酯	diisodecyl phthalate	DIDP	26761-40-0	C ₂₈ H ₄₆ O ₄
22	邻苯二甲酸二乙酯	diethyl phthalate	DEP	84-66-2	C ₁₂ H ₁₄ O ₄

附录 B
(资料性附录)
混合标准工作溶液浓度

表 B.1 22 种邻苯二甲酸酯混合标准溶液浓度 (HPLC) 单位为微克每毫升

序号	名称	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6	浓度 7	浓度 8
1	DMP	40.60	20.30	8.12	4.06	1.62	0.81	0.41	0.16
2	DMOEP	48.60	24.30	9.72	4.86	1.94	0.97	0.49	0.19
3	DEP	53.26	26.63	10.65	5.33	2.13	1.07	0.53	0.21
4	DEOEP	46.80	23.40	9.36	4.68	1.87	0.94	0.47	0.19
5	DALP	45.56	22.78	9.11	4.56	1.82	0.91	0.46	0.18
6	DIPP	52.00	26.00	10.40	5.20	2.08	1.04	0.52	0.21
7	DPRP	48.00	24.00	9.60	4.80	1.92	0.96	0.48	0.19
8	DPP	48.00	24.00	9.60	4.80	1.92	0.96	0.48	0.19
9	BBP	46.50	23.25	9.30	4.65	1.86	0.93	0.47	0.19
10	DIBP	42.90	21.45	8.58	4.29	1.72	0.86	0.43	0.17
11	DBP	43.20	21.60	8.64	4.32	1.73	0.86	0.43	0.17
12	DBOEP	49.00	24.50	9.80	4.90	1.96	0.98	0.49	0.20
13	DAP	51.60	25.80	10.32	5.16	2.06	1.03	0.52	0.21
14	DCHP	45.90	22.95	9.18	4.59	1.84	0.92	0.46	0.18
15	DMPP	50.40	25.20	10.08	5.04	2.02	1.01	0.50	0.20
16	DHXP	45.50	22.75	9.10	4.55	1.82	0.91	0.46	0.18
17	DHP	44.70	22.35	8.94	4.47	1.79	0.89	0.45	0.18
18	DEHP	39.20	19.60	7.84	3.92	1.57	0.78	0.39	0.16
19	DNOP	45.46	22.73	9.09	4.55	1.82	0.91	0.45	0.18
20	DINP	470.00	235.00	94.00	47.00	18.80	9.40	4.70	1.88
21	DNP	50.00	25.00	10.00	5.00	2.00	1.00	0.50	0.20
22	DIDP	436.00	218.00	87.20	43.60	17.44	8.72	4.36	1.74

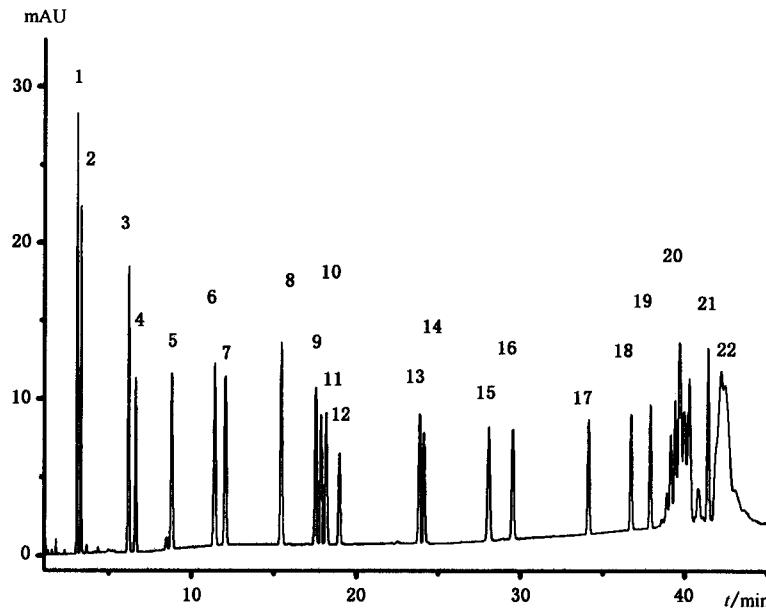
表 B.2 21 种邻苯二甲酸酯混合标准溶液浓度 (GC/MS-SIM) 单位为微克每毫升

序号	名称	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
1	DMP	1.56	0.94	0.31	0.16	0.06	0.03
2	DEP	1.37	0.82	0.27	0.14	0.05	0.03
3	DIPP	1.75	1.05	0.35	0.18	0.07	0.04
4	DALP	8.18	4.91	1.64	0.82	0.33	0.16
5	DPRP	1.85	1.11	0.37	0.18	0.07	0.04
6	DIBP	1.65	0.99	0.33	0.17	0.07	0.03
7	DBP	1.66	1.00	0.33	0.17	0.07	0.03
8	DMOEP	18.69	11.21	3.74	1.87	0.75	0.37
9	DMPP	21.54	12.92	4.31	2.15	0.86	0.43
10	DEOEP	40.00	24.00	8.00	4.00	1.60	0.80
11	DAP	3.31	1.99	0.66	0.33	0.13	0.07
12	DHXP	17.50	10.50	3.50	1.75	0.70	0.35
13	BBP	17.89	10.73	3.58	1.79	0.72	0.36
14	DBOEP	34.62	20.77	6.92	3.46	1.38	0.69
15	DCHP	17.66	10.59	3.53	1.77	0.71	0.35
16	DHP	17.19	10.31	3.44	1.72	0.69	0.34
17	DEHP	16.93	10.16	3.39	1.69	0.68	0.34
18	DNOP	17.48	10.49	3.50	1.75	0.70	0.35
19	DINP	180.77	108.46	36.15	18.08	7.23	3.62
20	DIDP	167.69	100.61	33.54	16.77	6.71	3.35
21	DNP	4.23	2.54	0.85	0.42	0.17	0.08

附录 C

(资料性附录)

22种邻苯二甲酸酯标准物高效液相色谱图(HPLC)

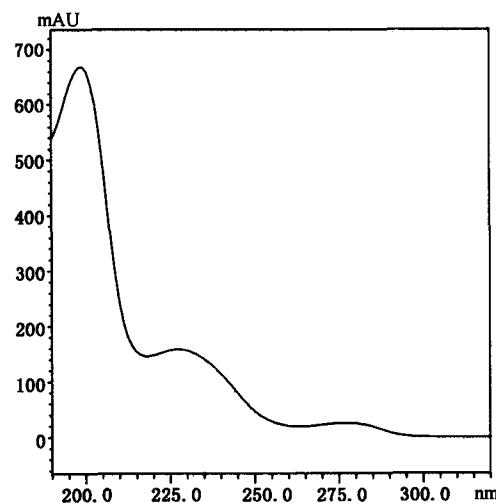


说明：

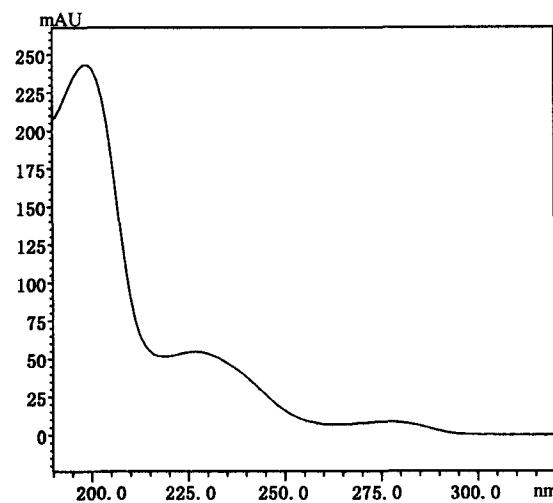
- 1——邻苯二甲酸二甲酯(20.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 2——邻苯二甲酸二(2-甲氧基乙基)酯(24.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 3——邻苯二甲酸二乙酯(26.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 4——邻苯二甲酸二(2-乙氧基乙基)酯(23.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 5——邻苯二甲酸二烯丙酯(22.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 6——邻苯二甲酸二异丙酯(26.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 7——邻苯二甲酸二丙酯(24.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 8——邻苯二甲酸二苯酯(24.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 9——邻苯二甲酸丁苄酯(23.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 10——邻苯二甲酸二异丁酯(21.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 11——邻苯二甲酸二丁酯(21.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 12——邻苯二甲酸二(2-丁氧基乙基)酯(24.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 13——邻苯二甲酸二戊酯(25.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 14——邻苯二甲酸二环己酯(23.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 15——邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(25.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 16——邻苯二甲酸二己酯(22.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 17——邻苯二甲酸二庚酯(22.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 18——邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(19.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 19——邻苯二甲酸二正辛酯(22.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 20——邻苯二甲酸二壬酯(235.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 21——邻苯二甲酸二壬酮(25.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- 22——邻苯二甲酸二异癸酯(218.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

图 C.1 22种邻苯二甲酸酯标准物高效液相色谱图(HPLC)

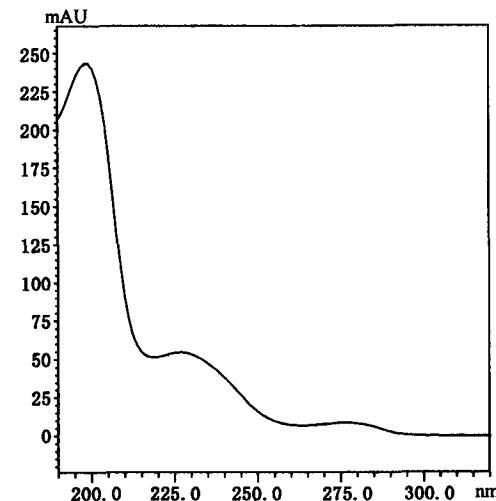
附录 D
(资料性附录)
22种邻苯二甲酸酯的紫外-可见吸收光谱图



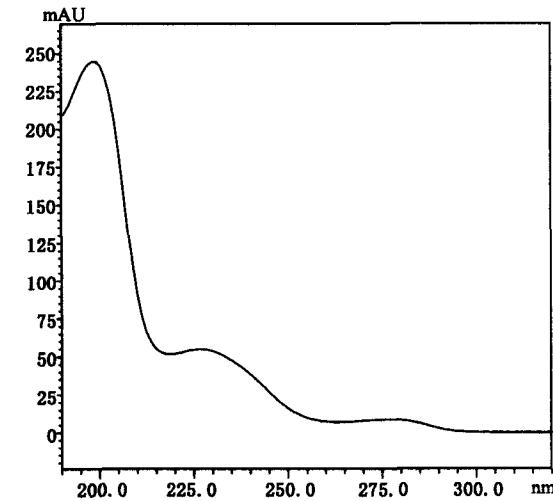
a) DMP



b) DMOEP



c) DEP



d) DEOEP

图 D.1 22种邻苯二甲酸酯的紫外-可见吸收光谱图

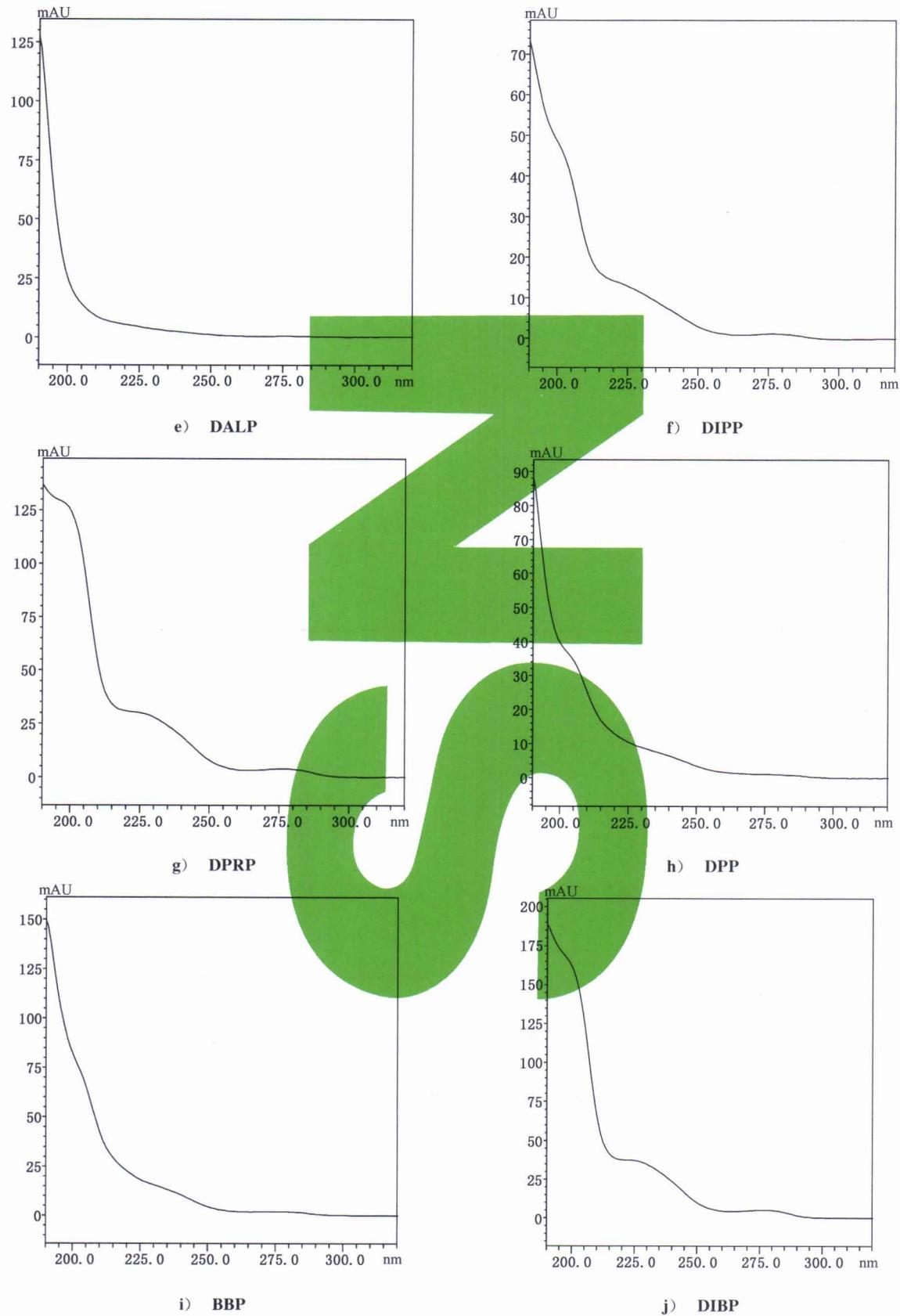


图 D.1 (续)

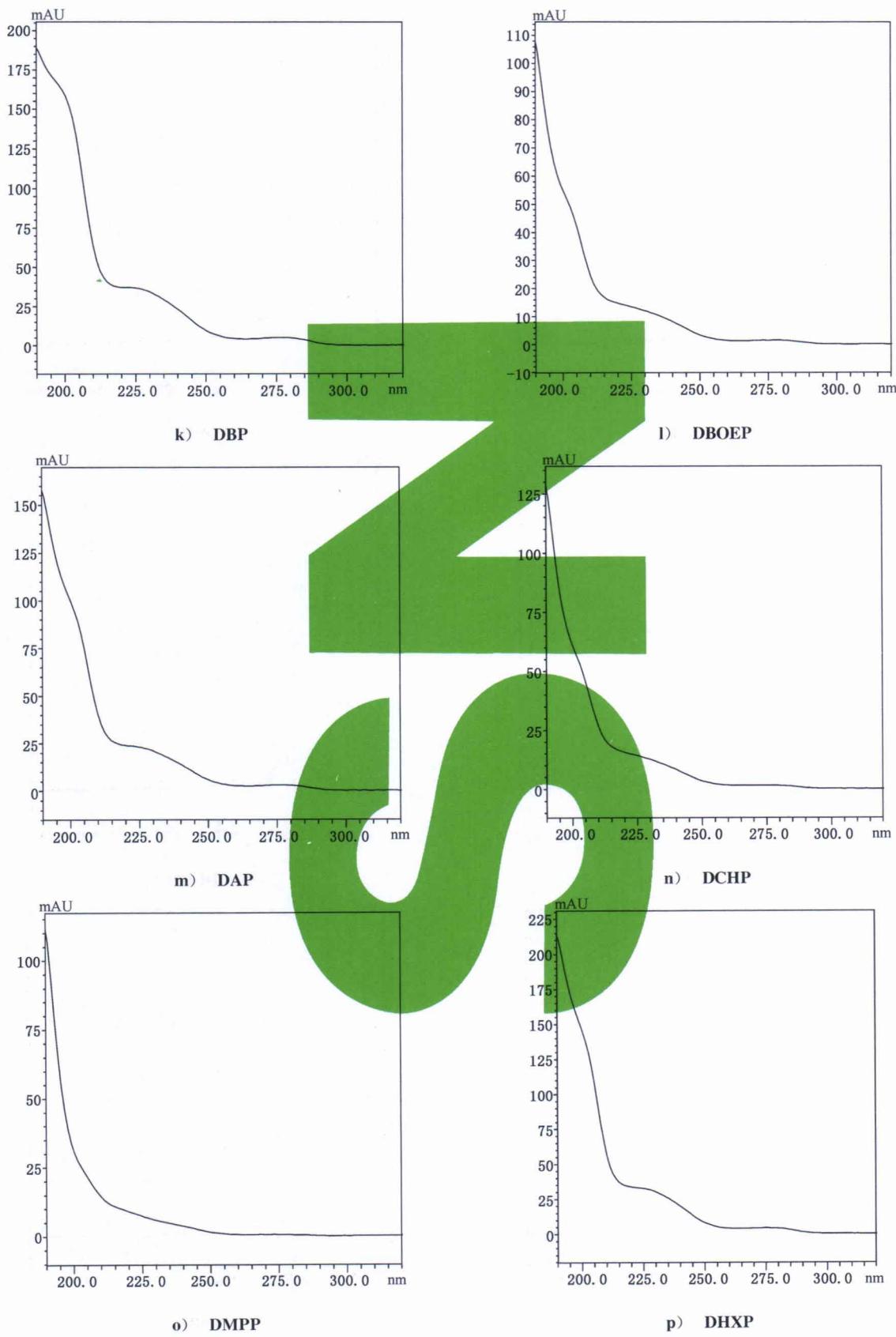
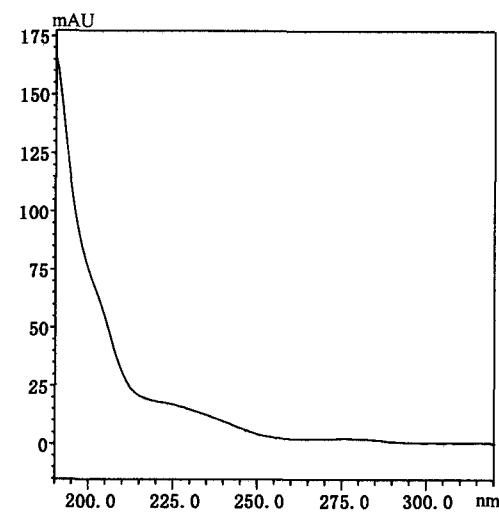
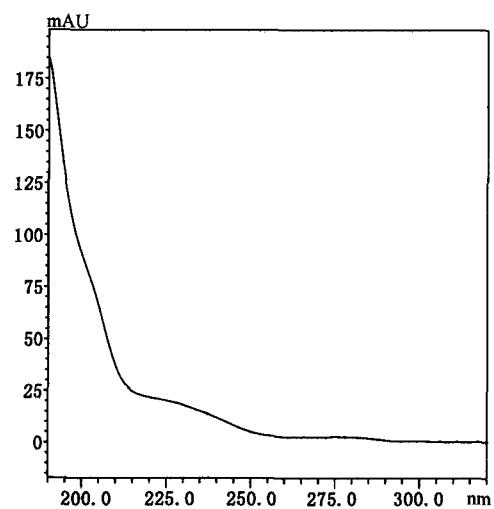


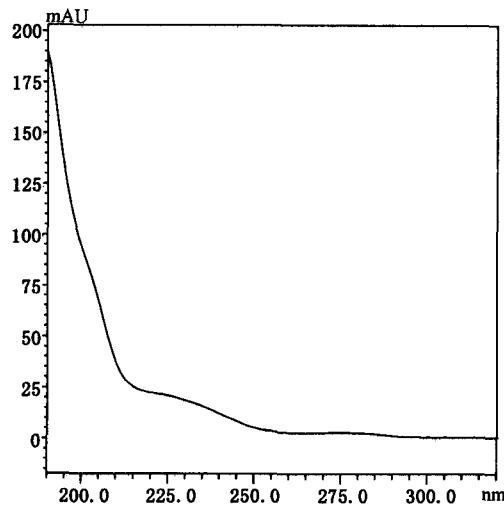
图 D.1 (续)



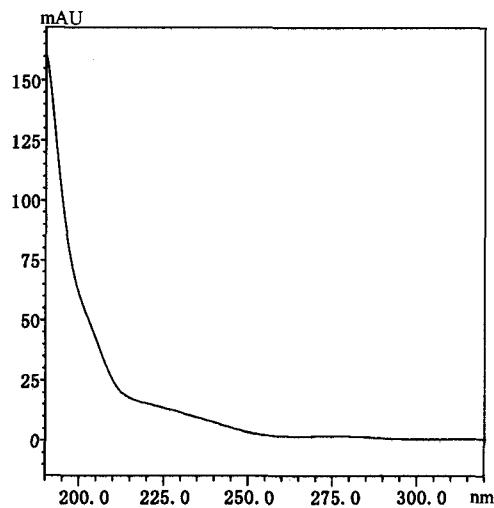
q) DHP



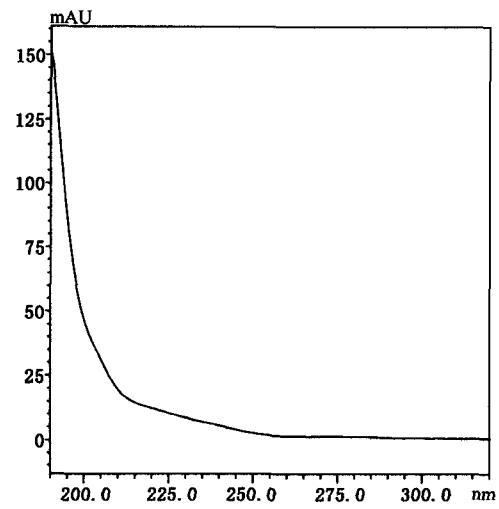
r) DEHP



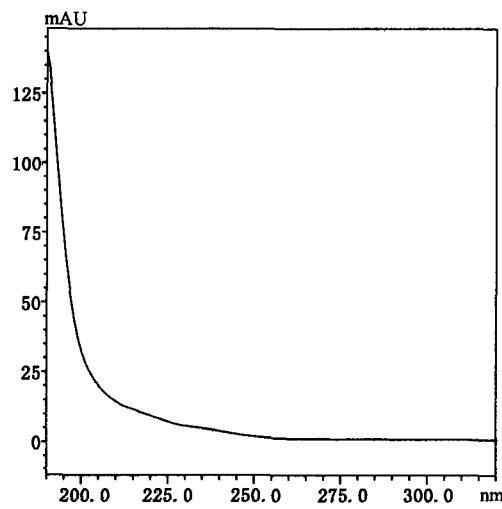
s) DNOP



t) DINP



u) DNP

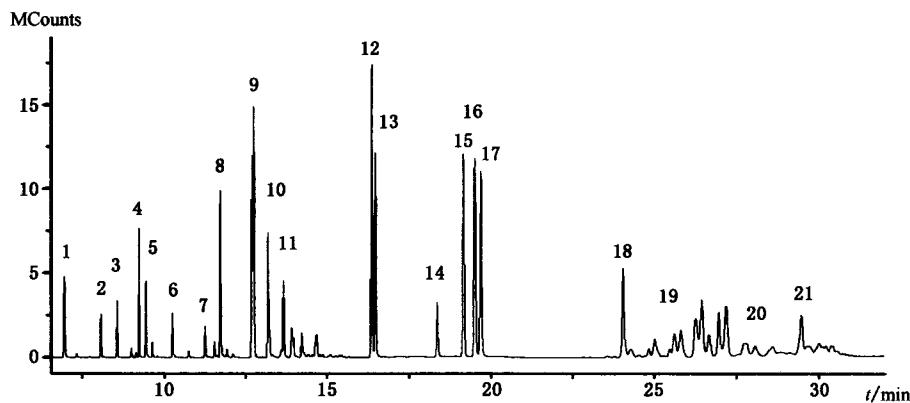


v) DIDP

图 D.1 (续)

附录 E
(资料性附录)

21种邻苯二甲酸酯标准物气相色谱/质谱-选择离子监测色谱图(GC/MS-SIM)



说明：

- 1——邻苯二甲酸二甲酯(0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 2——邻苯二甲酸二乙酯(0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 3——邻苯二甲酸二异丙酯(0.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 4——邻苯二甲酸二烯丙酯(1.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 5——邻苯二甲酸二丙酯(0.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 6——邻苯二甲酸二异丁酯(0.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 7——邻苯二甲酸二丁酯(0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 8——邻苯二甲酸二(2-甲氧基乙基)酯(3.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 9——邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(4.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 10——邻苯二甲酸二(2-乙氧基乙基)酯(8.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 11——邻苯二甲酸二戊酯(0.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 12——邻苯二甲酸二己酯(3.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 13——邻苯二甲酸丁苄酯(3.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 14——邻苯二甲酸二(2-丁氧基乙基)酯(6.9 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 15——邻苯二甲酸二环己酯(3.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 16——邻苯二甲酸二庚酯(3.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 17——邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(3.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 18——邻苯二甲酸二正辛酯(3.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 19——邻苯二甲酸二异壬酯(36.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 20——邻苯二甲酸二壬酯(0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 21——邻苯二甲酸二异癸酯(33.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

图 E.1 21种邻苯二甲酸酯标准物气相色谱/质谱-选择离子监测色谱图(GC/MS-SIM)