



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3620—2013

---

## 玩具材料中邻苯二甲酸二异丁酯的测定 GC-MS 法

Determination of diisobutyl phthalate in toy materials—  
Gas chromatography—mass spectrometry

2013-08-30 发布

2014-03-01 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 及 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李天宝、王春利、刘炜、叶林、易碧华、李昊菁、李达光、苏淑坛。

## 玩具材料中邻苯二甲酸二异丁酯的测定

### GC-MS 法

#### 1 范围

本标准规定了玩具材料中邻苯二甲酸二异丁酯的气相色谱-质谱测定方法。  
本标准适用于塑料玩具中邻苯二甲酸二异丁酯的测定。

#### 2 方法提要

样品采用二氯甲烷作为提取溶剂,经超声波提取、净化后,用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)进行测定,采用全扫描模式(SCAN)进行定性分析,选择离子模式(SIM)进行定量分析。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。

##### 3.1 二氯甲烷。

##### 3.2 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)标准品(CAS号:84-69-5):纯度 $\geq 98\%$ 。

##### 3.3 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)标准储备溶液:准确称取邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)标准品(3.2) 50.0 mg(精确至 0.1 mg),置于 50 mL 容量瓶中,用二氯甲烷(3.1)稀释至刻度,混匀。配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

##### 3.4 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)标准工作溶液:移取邻苯二甲酸二异丁酯标准储备液(3.3)适量体积,用二氯甲烷(3.1)稀释,配制成 50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L 的标准工作溶液。

#### 4 仪器、设备及器具

##### 4.1 气相色谱-质谱联用仪:带 EI 源。

##### 4.2 超声波提取器。

##### 4.3 分析天平,感量 0.1 mg。

##### 4.4 硅胶固相萃取柱:500 mg,6 mL,或者相当。

##### 4.5 0.45 $\mu\text{m}$ 有机滤膜。

#### 5 样品制备

取约 10 g 待测样品,制成 0.2 cm $\times$ 0.2 cm 以下的小块,混匀。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 提取

称取 1 g 样品(精确至 0.001 g),放入 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 30 mL 二氯甲烷(3.1),于超声

波提取器中提取 30 min。提取液过滤,用 10 mL 二氯甲烷冲洗残渣 2 次,合并滤液。滤液用旋转蒸发器于 40 ℃ 水浴旋转蒸发浓缩至约 10 mL。

## 6.2 净化

硅胶固相萃取柱(4.4)用 3 mL 二氯甲烷活化,将待净化液全部转移至固相萃取柱中,再用 3×3 mL 二氯甲烷洗脱,收集洗脱液,用二氯甲烷定容至 25 mL,过 0.45 μm 有机滤膜,滤液供 GC-MS 测定。

## 6.3 测定

### 6.3.1 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,下列给出的参数被证明是可行的:

- a) 色谱柱:DB-5 MS 毛细管柱 30 m×0.25 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 色谱柱温度:  
80 ℃ (1 min)  $\xrightarrow{30\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  180 ℃ (1 min)  $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  280 ℃ (8 min);
- c) 进样口温度:280 ℃;
- d) 色谱-质谱接口温度:280 ℃;
- e) 离子源温度:230 ℃;
- f) 载气:氦气,纯度≥99.999%,1.0 mL/min;
- g) 进样量:1 μL;
- h) 进样方式:分流进样,分流比 20:1;
- i) 电离方式:EI;
- j) 质量扫描范围:45 amu~550 amu;
- k) 电离能量:70 eV;
- l) 扫描方式:定性分析为全扫描模式(SCAN),定量分析为选择离子模式(SIM);
- m) 溶剂延迟:4 min。

### 6.3.2 定性分析

在相同实验条件下,试样中待测物质的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内;且试样谱图中定性离子( $m/z$  149, $m/z$  223, $m/z$  167, $m/z$  205)的相对丰度(100:10:3:4)与浓度接近的标准溶液谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较,偏差不得超过表 1 规定的范围,则可判定为试样中存在邻苯二甲酸二异丁酯。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 %

相对离子丰度	>50	20~50	10~20	≤10
允许的相对偏差	±20	±25	±30	±50

### 6.3.3 定量分析

在上述 GC-MS 工作条件下,对标准工作溶液和试样溶液分别进样和测定。工作液和样液中待测邻苯二甲酸二异丁酯的响应值均应在仪器线性响应范围内。如果含量超过标准曲线范围,应用二氯甲烷稀释到合适浓度后再进行分析。以系列标准工作溶液(3.4)的浓度为横坐标,以邻苯二甲酸二异丁酯

的峰面积为纵坐标,绘制工作曲线求得试样溶液中邻苯二甲酸二异丁酯的浓度。在上述条件下,邻苯二甲酸二异丁酯的参考保留时间约为 8.4 min,邻苯二甲酸二异丁酯的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

#### 6.4 空白试验

随同试样进行空白试验。除不加样品外,其余步骤均按 6.1~6.3 操作。

#### 6.5 结果计算

试样中邻苯二甲酸二异丁酯含量按式(1)进行计算:

$$X_i = \frac{(A - A_0) \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  ——试样中邻苯二甲酸二异丁酯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A$  ——样液中邻苯二甲酸二异丁酯的峰面积;

$A_0$  ——空白中邻苯二甲酸二异丁酯的峰面积;

$c_s$  ——标准工作溶液中邻苯二甲酸二异丁酯的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  ——样液的体积,单位为毫升(mL);

$A_s$  ——标准工作溶液中邻苯二甲酸二异丁酯的峰面积;

$m$  ——样品质量,单位为克(g)。

试验结果以邻苯二甲酸二异丁酯的检测结果显示,计算结果精确到小数点后一位。低于测定低限时,试验结果为未检出。

#### 7 测定低限

本方法中邻苯二甲酸二异丁酯的测定低限为 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%。

SN/T 3620—2013

附 录 A  
(资料性附录)

邻苯二甲酸二异丁酯标准品气相色谱-质谱选择离子色谱图

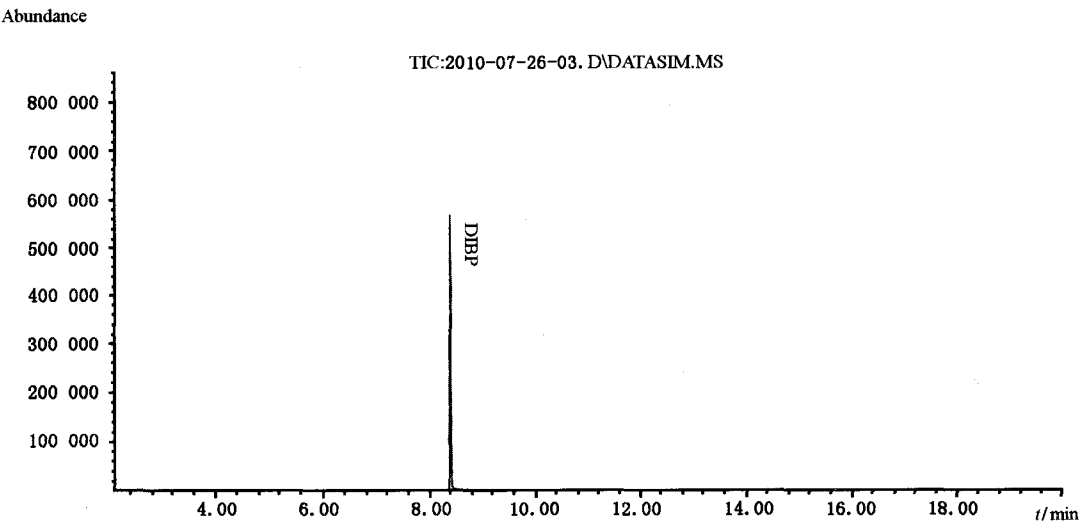


图 A.1 邻苯二甲酸二异丁酯标准品气相色谱-质谱选择离子色谱图( $m/z = 149$ )

\_\_\_\_\_