



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1495—2015

代替 SN/T 1495—2004

## 进出口化妆品中邻苯二甲酸酯的测定

Determination of phthalates acid ester in cosmetics for import and export

2015-12-04 发布

2016-07-01 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。

本标准代替 SN/T 1495—2004《化妆品中邻苯二甲酸酯的检测方法 气相色谱法》。

本标准与 SN/T 1495—2004 相比,主要技术变化如下:

- 增加了“1 范围”中的 DMEP、DIPP、DAP 等 3 种测定物质,并降低了原 6 种物质的测定低限;
- 修改了“5.1 样品处理”中的样品处理步骤;
- 修改了“5.3 测试”中的测试条件。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出归口。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:蔡天培、陈伟、李燃、于文莲、陈会明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN/T 1495—2004。

## 进出口化妆品中邻苯二甲酸酯的测定

### 1 范围

本标准规定了化妆品中 9 种邻苯二甲酸酯:邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)、双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)、双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)、邻苯二甲酸甲苯基丁酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二辛酯(DOP)含量的气相色谱,气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于固体、膏体和液体化妆品中 9 种邻苯二甲酸酯的测定和确证。

### 2 方法提要

用甲醇超声提取化妆品中的 9 种邻苯二甲酸酯,离心,过滤后,滤液注入配有 FID 检测器的气相色谱仪或气相色谱-质谱检测,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 丙酮:色谱纯。

3.3 无水硫酸钠:于 650 °C 灼烧 4 h,储于密闭干燥器中备用。

3.4 标准品:邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)、双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)、双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)、邻苯二甲酸甲苯基丁酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二辛酯(DOP)纯度均≥99.0%。

3.5 标准储备液:准确称取 DMP、DEP、DBP、DMEP、DIPP、DAP、BBP、DEHP、DOP 各 0.500 0 g 置于 500 mL 容量瓶中,用甲醇定容,振荡均匀,即得 9 种邻苯二甲酸酯浓度各为 1 000 mg/L 的混合标准储备液。

3.6 注射式样品过滤器,配有有机相滤膜,滤膜孔径为 0.22 μm。

### 4 仪器

4.1 天平:感量 0.0001 g,0.001 g。

4.2 气相色谱配氢火焰离子化检测器(FID)。

4.3 气相色谱配质量检测器(MSD)。

4.4 超声波清洗器。

4.5 高速离心机,转速不低于 12 000 r/min。

4.6 涡旋振荡器。

4.7 实验所用的玻璃器皿,都经过丙酮淋洗,通风晾干,待丙酮完全挥发后置于干燥器中于 200 °C 烘 4 h。

## 5 分析步骤

### 5.1 样品处理

称取样品 1 g(精确至 0.01 g)于 25 mL 具塞试管中,加入 2 g 无水硫酸钠(3.3)后,加入 10 mL 甲醇(3.1),在涡旋振荡器(4.6)上混匀后,超声波清洗器(4.4)中超声振荡 20 min,待样品完全分散后将溶液转移至 25 mL 容量瓶中,用甲醇清洗试管,洗液并入容量瓶中,并用甲醇定容至刻度,摇匀后,取部分溶液至离心管中,以 12 000 r/min 高速离心 15 min,取上清液经过滤器(3.6)过滤后得试样溶液。

### 5.2 标准工作溶液的配制

准确吸取适量混合标准储备液(3.5)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释,配制成浓度分别为 0 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L 混合标准工作液。

### 5.3 测定

#### 5.3.1 仪器条件

##### 5.3.1.1 气相色谱(GC-FID)条件如下:

- 色谱柱:HP-5 毛细管柱[30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm,phenyl methyl-siloxane]或相当者;
- 柱温程序:初始温度 60 °C,保持 1 min,20 °C/min 升到 220 °C,保持 1 min,5 °C/min 升到 250 °C,保持 1 min,20 °C/min 升到 280 °C,保持 10 min,总运行时间为 28.5 min;
- 进样口温度:260 °C;
- 检测器温度:280 °C;
- 载气:氮气,纯度 99.999%,柱流量为 1 mL/min;
- 进样方式:分流进样,分流比 5:1;
- 进样量:1 μL。

##### 5.3.1.2 气相色谱-质谱(GC/MSD)条件如下:

- 色谱柱:HP-5 毛细管柱[30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm,phenyl methyl-siloxane]或相当者;
- 柱温程序:初始温度 60 °C,保持 1 min 后以 20 °C/min 升到 220 °C,保持 1 min,5 °C/min 升到 250 °C,保持 1 min,20 °C/min 升到 280 °C,保持 10 min,总运行时间为 28.5 min;
- 进样口温度:260 °C;
- 接口温度:280 °C;
- 载气:氮气,柱流量为 1 mL/min;
- 电离方式:EI;
- 电离能量:70 eV;
- 测定方式:选择离子(SIM)方式;
- 进样方式:分流进样,分流比 5:1,溶剂延迟:3 min;
- 进样量:1 μL。

#### 5.3.2 仪器测定

##### 5.3.2.1 气相色谱或气相色谱-质谱测定

分别取 1 μL 混合标准工作液(5.2),按照 5.3.1.1 或 5.3.1.2 的条件进行测定,根据保留时间以各目



标化合物的峰面积与其对应的浓度作图绘制标准工作曲线。标准品色谱图和气相色谱-质谱选择离子色谱分别参见附录 A 中图 A.1 和附录 B 中图 B.1,采用相同的仪器条件测定试样溶液(5.1),试样溶液中被测物的响应值应在线性范围内。如果试样溶液中被测物的含量超过标准工作液的线性范围,可用甲醇稀释至合适浓度后进行测定。

### 5.3.2.2 气相色谱-质谱确证

对标准溶液和试样溶液均按 5.3.2.1 测定,如果试样溶液和混合标准工作液在相同保留时间( $\pm 0.5\%$ )有色谱峰出现,并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致,其丰度比标准品的相对离子峰度的最大允许偏差值应符合表 1,可定性确证目标分析物。各邻苯二甲酸酯化合物特征离子参见附录 C 中表 C.1。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差值

相对丰度/%	>50	20~50	10~20	<10
允许的相对偏差/%	$\pm 10$	$\pm 15$	$\pm 20$	$\pm 50$

## 5.4 空白试验

除不称取试样外,按照上述步骤进行测定。

## 6 结果计算和表述

试样中各邻苯二甲酸酯的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{c_i \times V_i}{m_i} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  ——试样中邻苯二甲酸酯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c_i$  ——从工作曲线上查出的试样溶液中邻苯二甲酸酯浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_i$  ——定容体积,单位为升(L);

$m_i$  ——称样量,单位为克(g)。

在符合精密度要求条件下,计算结果需扣除空白值,结果取两次平行测定值的平均值,计算结果精确至小数点后一位数字。

## 7 测定低限

气相色谱测定低限(对每种邻苯二甲酸酯)均为:25 mg/kg;气相色谱-质谱测定低限为:邻苯二甲酸二甲酯(DMP):5.0 mg/kg,邻苯二甲酸二乙酯(DEP):2.5 mg/kg,邻苯二甲酸二丁酯(DBP)5.0 mg/kg,邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)10.0 mg/kg,双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)2.5 mg/kg,双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)5.0 mg/kg,邻苯二甲酸甲基丁酯(BBP)5.0 mg/kg,邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)5.0 mg/kg,邻苯二甲酸二辛酯(DOP)5.0 mg/kg。

## 8 回收率和精密度

详见表 2 和表 3。

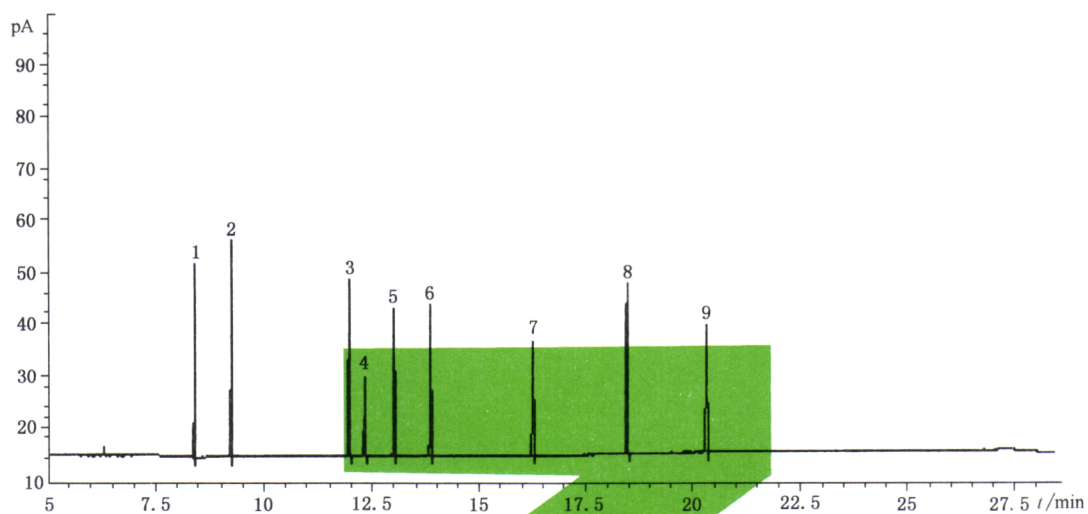
表 2 9 种邻苯二甲酸酯气相色谱法添加回收率及精密度( $n=10$ )

名 称	添加浓度/(mg/kg)	回收率范围/%	相对标准偏差 RSD/%
邻苯二甲酸二甲酯(DMP)	25~2 500	85.6~113.2	3.7~6.8
邻苯二甲酸二乙酯(DEP)	25~2 500	87.6~114.8	2.9~7.1
邻苯二甲酸二丁酯(DBP)	25~2 500	89.8~113.6	2.7~7.2
邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)	25~2 500	88.4~110.8	3.5~8.2
双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)	25~2 500	88.2~114.6	3.1~7.0
双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)	25~2 500	88.0~115.6	2.6~9.7
邻苯二甲酸甲苯基丁酯(BBP)	25~2 500	88.3~116.0	3.0~6.6
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)	25~2 500	89.2~113.5	2.9~6.7
邻苯二甲酸二辛酯(DOP)	25~2 500	89.6~115.2	2.9~6.7

表 3 9 种邻苯二甲酸酯气相色谱-质谱法添加回收率及精密度( $n=10$ )

名 称	添加浓度/(mg/kg)	回收率范围/%	相对标准偏差 RSD/%
邻苯二甲酸二甲酯(DMP)	5.0~250	87.5~111.6	3.6~7.4
邻苯二甲酸二乙酯(DEP)	2.5~125	88.4~111.8	3.9~7.4
邻苯二甲酸二丁酯(DBP)	5.0~250	85.9~113.5	3.4~8.8
邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)	10.0~500	85.4~109.8	3.4~8.9
双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)	2.5~125	88.0~115.2	2.6~9.6
双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)	5.0~250	91.1~110.3	2.7~6.1
邻苯二甲酸甲苯基丁酯(BBP)	5.0~250	84.6~111.4	3.5~5.6
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)	5.0~250	88.2~115.0	2.6~7.1
邻苯二甲酸二辛酯(DOP)	5.0~250	87.6~113.1	3.1~7.4

附录 A  
(资料性附录)  
标准物质气相色谱图



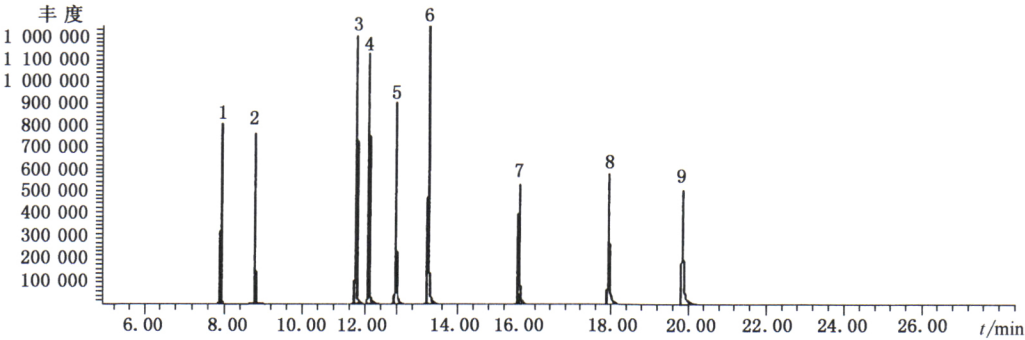
说明：

- 1——邻苯二甲酸二甲酯(DMP)；
- 2——邻苯二甲酸二乙酯(DEP)；
- 3——邻苯二甲酸二丁酯(DBP)；
- 4——邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)；
- 5——双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)；
- 6——双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)；
- 7——邻苯二甲酸甲基丁酯(BBP)；
- 8——邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)；
- 9——邻苯二甲酸二辛酯(DOP)。

图 A.1 9 种邻苯二甲酸酯标准物质气相色谱图

附录 B  
(资料性附录)

标准物质气相色谱-质谱选择离子色谱图



说明：

- 1——邻苯二甲酸二甲酯(DMP)；
- 2——邻苯二甲酸二乙酯(DEP)；
- 3——邻苯二甲酸二丁酯(DBP)；
- 4——邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)；
- 5——双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)；
- 6——双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)；
- 7——邻苯二甲酸甲苯基丁酯(BBP)；
- 8——邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)；
- 9——邻苯二甲酸二辛酯(DOP)。

图 B.1 9 种邻苯二甲酸酯标准物质气相色谱-质谱选择离子色谱图

附录 C  
(资料性附录)  
9 种邻苯二甲酸酯的特征离子

表 C.1 9 种邻苯二甲酸酯的特征离子

序号	名称	CAS 号	分子式	特征离子/相对丰度	定量离子
1	邻苯二甲酸二甲酯(DMP)	131-11-3	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	163 : 77 : 135 : 194(100 : 28 : 7 : 7)	163
2	邻苯二甲酸二乙酯(DEP)	84-66-2	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	149 : 177 : 121 : 222(100 : 21 : 7 : 3)	149
3	邻苯二甲酸二丁酯(DBP)	84-74-2	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O	149 : 223 : 205 : 121(100 : 7 : 6 : 5)	149
4	邻苯二甲酸双(2-甲氧乙基)酯(DMEP)	117-82-8	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	59 : 149 : 104 : 207(100 : 27 : 13 : 10)	59
5	双异戊基邻苯二甲酸酯(DIPP)	605-50-5	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	149 : 167 : 192 : 209(100 : 33 : 12 : 10)	149
6	双正戊基邻苯二甲酸酯(DAP)	131-18-0	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	149 : 41 : 189 : 132(100 : 9 : 9 : 6)	149
7	邻苯二甲酸甲基苯基丁酯(BBP)	85-68-7	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	149 : 91 : 206 : 104(100 : 89 : 31 : 15)	149
8	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	149 : 167 : 279 : 113(100 : 35 : 14 : 14)	149
9	邻苯二甲酸二辛酯(DOP)	117-84-0	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	279 : 261 : 167 : 390(100 : 20 : 5 : 3)	279

\_\_\_\_\_