

版权所有 · 禁止翻制、电子传阅、发售

**SN**

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2078—2008

---

**PVC 玩具和儿童用品中 6 种邻苯  
二甲酸酯的测定 气相色谱-质谱法**

**Determination of six kinds of phthalates in PVC toys and  
childcare articles—GC/MS method**

2008-04-29 发布

2008-11-01 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

本标准附录 A 为规范性附录,附录 B 和附录 C 为资料性附录。

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。

本标准主要起草人:张伟亚、刘丽、王成云。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## PVC 玩具和儿童用品中 6 种邻苯二甲酸酯的测定 气相色谱-质谱法

### 1 范围

本标准规定了 PVC 玩具和儿童用品中 6 种邻苯二甲酸酯的气相色谱-质谱检测方法。  
本标准适用于 PVC 玩具和儿童用品中 6 种邻苯二甲酸酯的测定。

### 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准：

#### 2.1

**PVC 玩具和儿童用品 PVC toys and childcare articles**

含有 PVC(聚氯乙烯)的玩具和儿童用品。

### 3 原理

样品采用乙酸乙酯为提取溶剂,经微波萃取,提取液定容后,用气相色谱-质谱仪进行测定,内标法定量。6 种邻苯二甲酸酯的英文名称、化学文摘编号和分子式见附录 A。

### 4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂应均为分析纯。

#### 4.1 乙酸乙酯。

4.2 邻苯二甲酸二正丁酯(DBP)标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.3 邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.4 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.5 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.6 邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.7 邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.8 邻苯二甲酸酯标准储备溶液:分别准确称取邻苯二甲酸二丁酯(DBP)标准品(4.2)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)标准品(4.3)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)标准品(4.4)和邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)标准品(4.5)各 10.0 mg、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)标准品(4.6)和邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)标准品(4.7)各 100.0 mg,分别置于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(4.1)稀释至刻度,混匀。标准储备溶液在  $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$  冰箱中保存有效期 12 个月。

4.9 内标物:邻苯二甲酸二正己酯(DHP):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.10 内标物标准储备溶液:准确称取适量的邻苯二甲酸二正己酯(DHP)标准品(4.9),用乙酸乙酯(4.1)配制成浓度为 100 mg/mL 的标准储备液。标准储备溶液在  $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$  冰箱中保存有效期 12 个月。

4.11 混合标准工作溶液:取适量内标物标准储备溶液(4.10)、邻苯二甲酸酯标准储备溶液(4.8),根据需要用乙酸乙酯(4.1)稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。工作溶液在  $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$  冰箱中保存有效期 6 个月。

4.12 内标溶液:取适量内标物储备溶液(4.10),根据需要用乙酸乙酯(4.1)稀释成适当浓度的溶液。

SN/T 2078—2008

工作溶液在 0℃~4℃冰箱中保存有效期 6 个月。

4.13 有机过滤膜:0.45 μm。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪(GC/MS):配 EI 源。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 微波萃取仪。

5.4 容量瓶:10 mL、50 mL、100 mL。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品制备

取 5.0 g~10.0 g 代表性样品,将其剪碎至 0.25 cm×0.25 cm 以下,混匀。

### 6.2 提取

称取 0.5 g 样品(精确到 0.001 g),置于微波萃取管中,加入 15 mL 乙酸乙酯(4.1),在 100℃下微波萃取 30 min,然后将萃取液转移至 50 mL 容量瓶中,残渣用少量乙酸乙酯洗涤 3 次,合并萃取液,定容至 50 mL。准确移取适量该样品溶液至 10 mL 容量瓶中,准确加入适量的 DHP 内标液(4.12),以乙酸乙酯(4.1)定容至刻度。用 0.45 μm 过滤膜(4.13)过滤,上机待测。如溶液中待测物浓度过高,则适当稀释后再进样。

### 6.3 气相色谱-质谱条件

- a) 色谱柱:DB-5MS 毛细管柱 30 m×0.25 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 色谱柱温度:初温 150℃,保持 5 min,以 25℃/min 升至 260℃,然后以 5℃/min 升至 270℃,再以 20℃/min 升至 300℃,保持 4 min;
- c) 进样口温度:250℃;
- d) 色谱-质谱接口温度:250℃;
- e) 离子源温度:250℃;
- f) 载气:氦气,纯度≥99.999%;流速,1.0 mL/min;
- g) 进样量:1 μL;
- h) 进样方式:不分流进样,1.0 min 后开阀;
- i) 电离方式:EI;
- j) 质量扫描范围:45 u~550 u;
- k) 电离能量:70 eV;
- l) 扫描方式:全扫描;
- m) 溶剂延迟:8.5 min。

### 6.4 气相色谱-质谱分析

本标准采用全扫描模式定性。如果样液与混合标准溶液(4.11)的总离子流图比较,在相同保留时间有峰出现,则根据表 1 中定性离子对其确证。

根据样液中被测物含量情况,加入浓度相近的内标溶液(4.12),根据表 1 中定量离子的峰面积用内标法定量。

按上述分析条件(6.3)对混合标准工作溶液(4.11)进行分析,所得 6 种邻苯二甲酸酯的总离子流色谱图参见附录 B。

对于 DBP、BBP、DEHP,其色谱峰分离比较完全,采用总离子流色谱峰面积或提取 m/z 149 离子的

峰面积即可准确定量。对于 DINP 和 DIDP, 由于有大量同分异构体的存在, 其色谱峰为一系列的“五指峰”, 它们之间存在谱峰的部分重叠, 而 DNOP 的色谱峰和它们之间也存在色谱峰的部分重叠。因此选取它们互不相同且相对具有一定特征性的碎片进行定量, 其提取离子色谱图参见附录 C。

表 1 6 种邻苯二甲酸酯的化学名称、分子式、定性离子及定量离子

序号	化 学 名 称	分子式	定性离子(m/z)及丰度比	定量离子(m/z)
1	邻苯二甲酸二丁酯	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	149 : 150 : 205 : 223=100 : 9 : 6 : 7	149
2	邻苯二甲酸丁基苄基酯	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	149 : 150 : 206 : 238=100 : 12 : 31 : 6	149
3	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	149 : 150 : 167 : 279=100 : 11 : 36 : 18	149
4	邻苯二甲酸二正辛酯	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	279 : 390 : 261=100 : 3 : 20	279
5	邻苯二甲酸二异壬酯	C <sub>26</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	293 : 418 : 275=100 : 5 : 3	293
6	邻苯二甲酸二异癸酯	C <sub>28</sub> H <sub>46</sub> O <sub>4</sub>	307 : 446 : 321=100 : 5 : 8	307

### 6.5 计算

按式(1)计算校正因子:

$$F_i = \frac{A_s \times m_i}{A_i \times m_s} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$F_i$ ——6 种邻苯二甲酸酯各自对内标物的校正因子;

$A_s$ ——标准溶液中的内标峰面积;

$m_s$ ——折算过的标准溶液中的内标质量, 单位为毫克(mg);

$A_i$ ——混合标准溶液中相应物质的峰面积;

$m_i$ ——邻苯二甲酸酯标准品质量, 单位为毫克(mg)。

试样中邻苯二甲酸酯的含量按式(2)计算:

$$X_i = \frac{F_i \times A_2 \times m_1}{A_1 \times m_2} \times 10^6 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

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

$F_i$ ——校正因子;

$A_1$ ——试样中内标峰面积;

$A_2$ ——试样中邻苯二甲酸酯峰面积;

$m_1$ ——试样中内标质量, 单位为毫克(mg);

$m_2$ ——样品质量, 单位为毫克(mg)。

计算结果表示到小数点后两位。

## 7 检测低限和回收率

### 7.1 检测低限

本标准对 6 种邻苯二甲酸酯的检测低限分别为: 50 mg/kg(DBP、BBP、DEHP、DNOP), 100 mg/kg (DINP、DIDP)。

### 7.2 回收率

本标准中 6 种邻苯二甲酸酯的回收率见表 2。

表 2 6 种邻苯二甲酸酯的回收率

组分	水平 I		水平 II		水平 III	
	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/%	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/%	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/%
DBP	100	91~96	501	94~103	2 503	92~102
BBP	104	89~95	519	90~98	2 595	94~102
DEHP	105	92~99	525	95~100	2 625	96~101
DNOP	101	87~98	507	92~102	2 536	92~103
DINP	1 005	87~96	5 024	93~103	25 118	92~101
DIDP	1 031	86~95	5 156	90~98	25 780	90~97

### 7.3 精密度

在重复性条件下,获得两次独立测试结果的绝对差值,不得超过算术平均值的 10%。

附 录 A  
(规范性附录)

6 种邻苯二甲酸酯的种类表

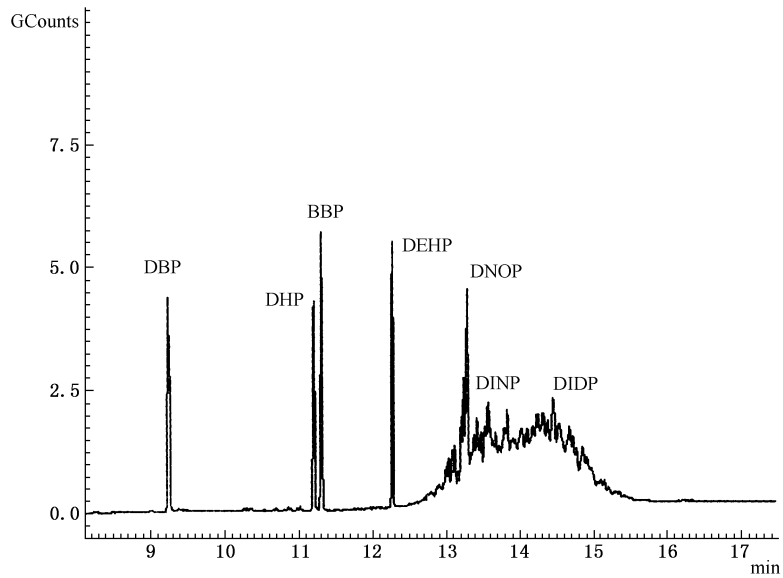
表 A.1 6 种邻苯二甲酸酯的种类表

序号	邻苯二甲酸酯类名称	英 文 名 称	化学文摘编号(CAS No.)	化学分子式
1	邻苯二甲酸二正丁酯	Dibutylphthalate(DBP)	84-74-2	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>
2	邻苯二甲酸丁基苯基酯	Benzylbutylphthalate(BBP)	85-68-7	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>
3	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate(DEHP)	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>
4	邻苯二甲酸二正辛酯	Di-n-octylphthalate(DNOP)	117-84-0	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>
5	邻苯二甲酸二异壬酯	Diisononylphthalate(DINP)	28553-12-0	C <sub>26</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>
6	邻苯二甲酸二异癸酯	Diisodecylphthalate(DIDP)	26761-40-0	C <sub>28</sub> H <sub>46</sub> O <sub>4</sub>

附录 B

(资料性附录)

6 种邻苯二甲酸酯标准品的总离子流色谱图



- DBP——邻苯二甲酸二丁酯(9.2 min);
- DHP——邻苯二甲酸二正己酯(11.2 min 内标);
- BBP——邻苯二甲酸丁苄酯(11.3 min);
- DEHP——邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(12.2 min);
- DNOP——邻苯二甲酸二正辛酯(13.2 min);
- DINP——邻苯二甲酸二异壬酯(12.7 min~14.7 min);
- DIDP——邻苯二甲酸二异癸酯(13.1 min~15.5 min)。

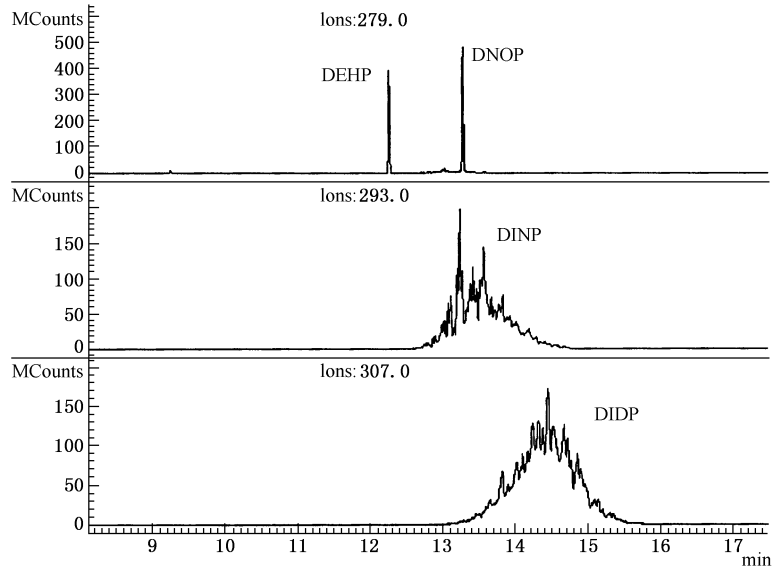
图 B.1 6 种邻苯二甲酸酯的总离子流色谱图



附录 C

(资料性附录)

DNOP、DINP、DIDP 的提取离子色谱图



DNOP——邻苯二甲酸二正辛酯(13.2 min)；

DINP——邻苯二甲酸二异壬酯(12.7 min~14.7 min)；

DIDP——邻苯二甲酸二异癸酯(13.1 min~15.5 min)。

图 C.1 DNOP、DINP、DIDP 的提取离子色谱图

版权所有 · 禁止翻制、电子传阅、发售

SN/T 2078—2008

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
PVC玩具和儿童用品中6种邻苯  
二甲酸酯的测定 气相色谱-质谱法  
SN/T 2078—2008

\*

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](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

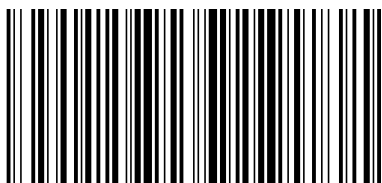
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷  
印数 1—2 000

\*

书号: 155066 · 2-18949 定价 8.00 元



SN/T 2078—2008