ICS 83.080.01
CCS G 31

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2249—2023
代替 SN/T 2249—2009 和 SN/T 2250—2009

塑料原料及其制品中 34 种增塑剂的测定 气相色谱-质谱法

Determination of 34 kinds of plasticizers in plastics and plastic articles—Gas chromatography-mass spectrometry method

2023-05-05 发布　　2023-12-01 实施

中华人民共和国海关总署　发布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替SN/T 2249—2009《塑料及其制品中邻苯二甲酸酯类增塑剂的测定　气相色谱-质谱法》和SN/T 2250—2009《塑料原料及其制品中增塑剂的测定　气相色谱-质谱法》。

本文件与SN/T 2249—2009和SN/T 2250—2009相比,除编辑性改动外,主要技术变化如下:

——修改了标准名称及对应的英文译名;

——增加了增塑剂种类至34种;

——修改了萃取方式;

——修改了定量方式;

——增加了保留时间和相对丰度的允许偏差。

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专利的责任。

本文件由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本文件起草单位:深圳海关工业品检测技术中心、深圳市检验检疫科学研究院。

本文件主要起草人:张伟亚、王成云、索彦彦。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——2009年首次发布为SN/T 2249—2009和SN/T 2250—2009;

——本次修订整合了SN/T 2249—2009和SN/T 2250—2009的内容。

塑料原料及其制品中34种增塑剂的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了气相色谱-质谱检测方法测定塑料原料及其制品中邻苯二甲酸酯类、己二酸酯类、磷酸酯类、柠檬酸酯类等34种增塑剂的方法。

本文件适用于塑料原料及其制品中邻苯二甲酸酯类、己二酸酯类、磷酸酯类、柠檬酸酯类等34种增塑剂的测定。34种增塑剂的中文名称、英文名称、化学文摘编号和分子式见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经乙酸乙酯超声提取,提取液用滤膜过滤后,用气相色谱-质谱仪测定,外标法定量。

5 试剂与材料

5.1 乙酸乙酯:分析纯。

5.2 邻苯二甲酸酯类标准品:纯度≥97%,见附录A。

5.3 己二酸酯类标准品:纯度≥97%,见附录A。

5.4 磷酸酯类标准品:纯度≥97%,见附录A。

5.5 乙酰柠檬酸三丁酯(ATBC)标准品:纯度≥97%,见附录A。

5.6 标准储备液:准确称取适量的标准物质(5.2~5.5),用乙酸乙酯(5.1)配制成浓度为1 000 mg/L的标准储备液,装于棕色瓶中。在0 ℃~4 ℃下密封避光保存,有效期为3个月。

5.7 标准工作溶液:根据需要准确移取一定体积的标准储备液(5.6),用乙酸乙酯(5.1)稀释成适当浓度的系列混合标准工作溶液,现配现用。

5.8 聚四氟乙烯滤膜:有机相针式,0.45 μm。

6 仪器与设备

6.1 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击电离源(EI)。

6.2 分析天平：感量分别为 0.1 mg 和 0.01 g。

6.3 可控温型超声波发生器：工作频率 40 kHz，温控精度为±2 ℃。

6.4 玻璃具塞萃取管：100 mL。

6.5 容量瓶：50 mL。

7 分析步骤

7.1 样品溶液的制备

取代表性样品，将其剪碎至 2.5 mm×2.5 mm 以下，混匀。准确称取上述试样 1.0 g，精确至 0.01 g，置于 100 mL 具塞萃取管(6.4)中，加入 25 mL 乙酸乙酯(5.1)，于 45 ℃水浴中超声萃取 30 min，提取液转移至容量瓶(6.5)中，残渣用 10 mL 乙酸乙酯(5.1)分 2 次润洗，合并提取液于容量瓶(6.5)中，用乙酸乙酯(5.1)定容至刻度，取部分样液经有机滤膜(5.8)过滤，供气相色谱-质谱仪(6.1)分析用。

7.2 测定

7.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所用仪器，因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的：

a) 色谱柱：石英毛细管柱，固定相为(5%苯基)-甲基聚硅氧烷，30 m×0.25 mm×0.25 μm，或相当者；

b) 色谱柱温度：初温 90 ℃，保持 1 min，以 15 ℃/min 升至 200 ℃，保持 2 min，然后以 15 ℃/min 升至 235 ℃，保持 8 min，再以 5 ℃/min 升至 250 ℃，保持 2 min，最后以 20 ℃/min 升至 300 ℃，保持 7.33 min；

c) 进样口温度：250 ℃；

d) 色谱-质谱接口温度：280 ℃；

e) 离子源温度：250 ℃；

f) 四级杆温度：150 ℃；

g) 电离方式：EI；

h) 电离能量：70 eV；

i) 进样量：1.0 μL；

j) 进样方式：不分流进样，1.0 min 后开阀；

k) 载气：氦气(纯度≥99.999%)，流量 1.0 mL/min；

l) 溶剂延迟：3 min；

m) 测定方式：全扫描模式定性，选择离子监测模式定量(选择离子见附录 B)。

7.2.2 气相色谱-质谱定性和定量分析

本文件采用全扫描模式定性，选择离子监测模式定量。将标准工作溶液(5.7)，按 7.2.1 的条件，由低到高依次进样测定，记录定量选择离子积分峰面积，绘制标准工作曲线。按照 7.2.1 的条件测定样品和标准品，样品中待测物质色谱峰的保留时间与标准品对应的保留时间偏差在±2.5%之内，且将样品谱图中被测组分监测离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液谱图中对应的监测离子的相对丰度进行比较，相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围，则可判定为样品中存在对应的被测物。

表 1　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%

按上述分析条件(7.2.1)对混合标准工作溶液(5.7)进行分析,所得 34 种增塑剂的总离子流色谱图见附录 C,选择离子色谱图见附录 D。

8　结果计算

按式(1)计算试样中增塑剂的含量:

$$X=\frac{(c_1-c_0)\times V}{m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

X ——试样中增塑剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——从标准工作曲线上读取的样液中的增塑剂的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——从标准工作曲线上读取的空白试验样液中的增塑剂的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样液的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

依据 GB/T 8170 规定进行数值修约,计算结果表示到小数点后一位。低于测定低限时,试验结果表示为未检出。

空白试验:除不加样品外,均按上述测定步骤进行。

9　定量限

己二酸二甲酯、邻苯二甲酸二丁氧基乙酯、磷酸三邻甲苯酯的定量限为 20.0 mg/kg;邻苯二甲酸二异壬酯、邻苯二甲酸二异癸酯、磷酸三对甲苯酯、磷酸甲苯二苯酯、己二酸二(2-丁氧基乙基)酯、三(1,3-二氯异丙基)磷酸酯的定量限为 50.0 mg/kg;本文件所列其他增塑剂的定量限为 10.0 mg/kg。

10　回收率

在试样中分别添加低、中、高 3 个浓度水平的 34 种增塑剂混合标准工作溶液,进行回收率分析,回收率为 82%～96%。

11　精密度

11.1　重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,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,获得的两次测试结果的相对标准偏差不大于 10%。

11.2　再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行

的测试，获得测试结果的相对标准偏差不大于 15%。

12 测试报告

测试报告应至少包括以下内容：

a） 样品描述；

b） 本标准的编号(包括年号)；

c） 测试结果；

d） 与本标准的任何偏离；

e） 在测试中观察到的异常现象；

f） 测试日期。

附　录　A
（规范性）
34 种增塑剂的中文名称、英文名称、化学文摘编号和分子式

34 种增塑剂的中文名称、英文名称、化学文摘编号和分子式见表 A.1。

表 A.1　34 种增塑剂的中文名称、英文名称、化学文摘编号和分子式

序号	增塑剂名称	英文名称	化学文摘编号（CAS No.）	化学分子式	缩写
1	己二酸二甲酯	Dimethyl adipate	627-93-0	$C_8H_{14}O_4$	DMA
2	己二酸二乙酯	Diethyl adipate	141-28-6	$C_{10}H_{18}O_4$	DEA
3	己二酸二异丁酯	Diisobutyl adipte	141-04-8	$C_{14}H_{26}O_4$	DIBA
4	己二酸二丁酯	Dibutyl adipate	105-99-7	$C_{14}H_{26}O_4$	DBA
5	己二酸二(2-丁氧基乙基)酯	Bis(2-butoxyethyl)adipate	141-18-4	$C_{18}H_{34}O_6$	BBOEA
6	己二酸二(2-乙基己基)酯	Bis(2-ethylhexyl)adipate	103-23-1	$C_{22}H_{42}O_4$	DEHA
7	己二酸二(1-丁基戊基)酯	Bis(1-butylpentyl)adipate	77916-77-9	$C_{24}H_{46}O_4$	BBPA
8	邻苯二甲酸二甲酯	Dimethyl phthalate	131-11-3	$C_{10}H_{10}O_4$	DMP
9	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl phthalate	84-66-2	$C_{12}H_{14}O_4$	DEP
10	邻苯二甲酸二异丙酯	Diisopropyl phthalate	605-45-8	$C_{14}H_{18}O_4$	DIPP
11	邻苯二甲酸二烯丙酯	Diallyl phthalate	131-17-9	$C_{14}H_{14}O_4$	DALP
12	邻苯二甲酸二丙酯	Dipropyl phthalate	131-16-8	$C_{14}H_{18}O_4$	DPrP
13	邻苯二甲酸二异丁酯	Diisobutyl phthalate	84-69-5	$C_{16}H_{22}O_4$	DIBP
14	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2	$C_{16}H_{22}O_4$	DBP
15	邻苯二甲酸二甲氧基乙酯	Bis(2-methoxyethyl)phthalate	117-82-8	$C_{14}O_{18}O_6$	DMOEP
16	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	Bis(4-methyl-2-pentyl)phthalate	146-50-9	$C_{20}H_{30}O_4$	DMPP
17	邻苯二甲酸二乙氧基乙酯	Bis(2-ethoxyethyl)phthalate	605-54-9	$C_{16}H_{22}O_6$	DEOEP
18	邻苯二甲酸二戊酯	Diamyl phthalate	131-18-0	$C_{18}H_{26}O_4$	DAP
19	邻苯二甲酸二己酯	Dihexyl phthalate	84-75-3	$C_{20}H_{30}O_4$	DHxP
20	邻苯二甲酸丁苄酯	Butyl benzyl phthalate	85-68-7	$C_{19}H_{20}O_4$	BBP
21	邻苯二甲酸二丁氧基乙酯	Di(2-butoxyethyl)phthalaye	117-83-9	$C_{20}H_{30}O_6$	DBOEP
22	邻苯二甲酸二环己酯	Dicyclohexyl phthalate	84-61-7	$C_{20}H_{26}O_4$	DCHP
23	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	Di(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7	$C_{24}H_{38}O_4$	DEHP
24	邻苯二甲酸二正辛酯	di-n-octyl phthalate	117-84-0	$C_{24}H_{38}O_4$	DNOP
25	邻苯二甲酸二异壬酯	Diisononyl phthalate	28553-12-0	$C_{26}H_{42}O_4$	DINP
26	邻苯二甲酸二异癸酯	Diisodecyl phthalate	26761-40-0	$C_{28}H_{46}O_4$	DIDP
27	磷酸三丁酯	Tributyl phosphate	126-73-8	$C_{12}H_{27}O_4P$	TBP
28	三(1,3-二氯异丙基)磷酸酯	Tri(1,3-dichloroisopropyl)phosphate	13674-87-8	$C_9H_{15}Cl_6O_4P$	TDCPP

表 A.1　34 种增塑剂的中文名称、英文名称、化学文摘编号和分子式（续）

序号	增塑剂名称	英文名称	化学文摘编号（CAS No.）	化学分子式	缩写
29	磷酸三苯酯	Triphenyl phosphate	115-86-6	$C_{18}H_{15}O_4P$	TPP
30	磷酸三(2-乙基己基)酯	Tri(2-ethylhexyl)phosphate	78-42-2	$C_{24}H_{51}O_4P$	TEHP
31	磷酸甲苯二苯酯	Cresyl diphenyl phosphate	26444-49-5	$C_{19}H_{17}O_4P$	CDPP
32	磷酸三邻甲苯酯	Tri-o-cresyl phosphate	78-30-8	$C_{21}H_{21}O_4P$	TOCP
33	磷酸三对甲苯酯	Tri-p-cresyl phosphate	78-32-0	$C_{21}H_{21}O_4P$	TPCP
34	乙酰柠檬酸三丁酯	Acetyl tributyl citrate	77-90-7	$C_{20}H_{34}O_8$	ATBC

附　录　B
（资料性）
34 种增塑剂的化学名称、参考保留时间、参考定性离子及定量离子

34 种增塑剂的化学名称、参考保留时间、参考定性离子及定量离子见表 B.1。

表 B.1　34 种增塑剂的化学名称、参考保留时间、参考定性离子及定量离子

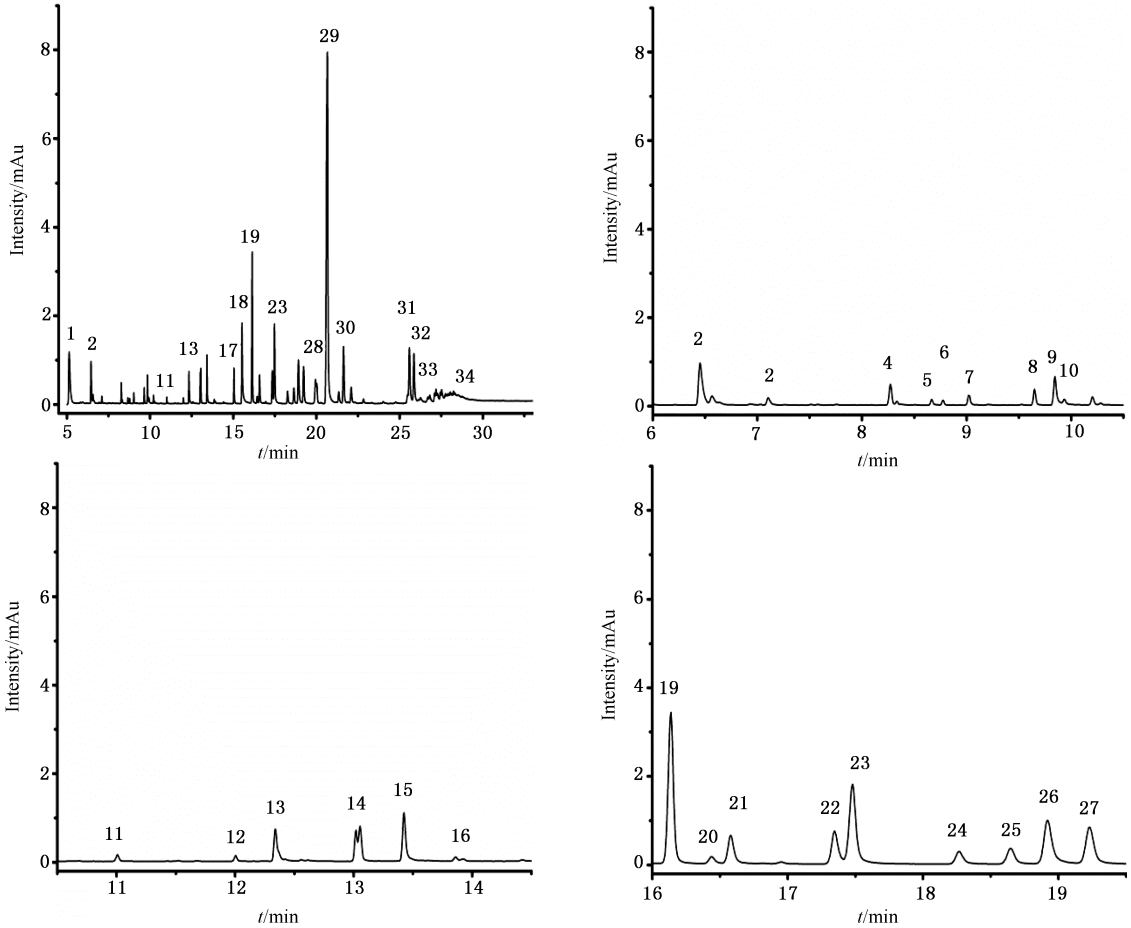
序号	增塑剂	参考保留时间/min	参考定性离子/(m/z)及丰度比		参考定量离子/(m/z)
1	己二酸二甲酯	5.150	59，114，55，101	999，839，773，656	114
2	己二酸二乙酯	6.437	111，157，55，128	999，721，539，523	111
3	邻苯二甲酸二甲酯	7.100	163，77，164，76	999，182，101，83	163
4	邻苯二甲酸二乙酯	8.263	149，307，57，141	999，376，375，276	149
5	磷酸三丁酯	8.669	99，155，57，125	999，205，142，85	99
6	邻苯二甲酸二异丙酯	8.773	149，150，122，105	999，110，58，57	149
7	己二酸二异丁酯	9.026	129，57，185，56	999，551，426，247	129
8	邻苯二甲酸二烯丙酯	9.644	149，189，98，132	999，453，271，256	149
9	己二酸二丁酯	9.847	129，185，111，57	999，753，504，349	129
10	邻苯二甲酸二丙酯	9.936	149，76，150，104	999，156，141，120	149
11	邻苯二甲酸二异丁酯	11.021	149，223，206，167	999，101，52，24	149
12	邻苯二甲酸二丁酯	12.006	149，150，76，104	999，88，64，58	149
13	邻苯二甲酸二甲氧基乙酯	12.342	59，58，149，104	999，673，108，75	59
14	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	13.055	149，85，150，251	999，194，93，51	149
15	邻苯二甲酸二乙氧基乙酯	13.426	72，73，149，104	999，995，697，230	72
16	邻苯二甲酸二戊酯	13.857	149，150，219，237	999，92，53，91	149
17	乙酰柠檬酸三丁酯	15.055	185，129，57，254	999，748，463，315	185
18	己二酸二(2-丁氧基乙基)酯	15.535	57，56，85，100	999，960，893，701	57
19	三(1,3-二氯异丙基)磷酸酯	16.139	75，99，191，209	999，769，546，209	75
20	邻苯二甲酸二己酯	16.416	149，150，223，251	999，91，41，112	149
21	邻苯二甲酸丁苄酯	16.570	149，91，206，238	999，723，234，42	149
22	己二酸二(2-乙基己基)酯	17.347	129，57，112，70	999，212，178，176	129
23	磷酸三苯酯	17.486	326，325，77，170	999，833，513，339	326
24	己二酸二(1-丁基戊基)酯	18.278	147，129，128，255	999，987，983，808	129
25	磷酸三(2-乙基己基)酯	18.654	99，113，57，71	999，345，206，160	99
26	邻苯二甲酸二丁氧基乙酯	18.931	149，57，56，101	999，969，825，818	149
27	磷酸甲苯二苯酯	19.238	77，65，340，339	999，634，504，465	339
28	邻苯二甲酸二环己酯	20.020	149，167，279，113	999，292，103，92	149

表 B.1　34 种增塑剂的化学名称、参考保留时间、参考定性离子及定量离子（续）

序号	增塑剂	参考保留时间/min	参考定性离子/(m/z)及丰度比		参考定量离子/(m/z)
29	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	20.560	149，167，279，150	999，501，332，102	149
30	磷酸三邻甲苯酯	21.619	165，91，179，181	999，621，543，475	165
31	邻苯二甲酸二正辛酯	25.470	279，390，261	999，32，201	279
32	磷酸三对甲苯酯	25.604	368，367，107，77	999，630，348，335	367
33	邻苯二甲酸二异壬酯	26.7-27.7	293，418，347	999，21，62	293
34	邻苯二甲酸二异癸酯	27.7-28.8	307，446，321	999，51，82	307

附　录　C
（资料性）
34 种增塑剂标准品的总离子流色谱图

34 种增塑剂标准物质的总离子流色谱图见图 C.1。

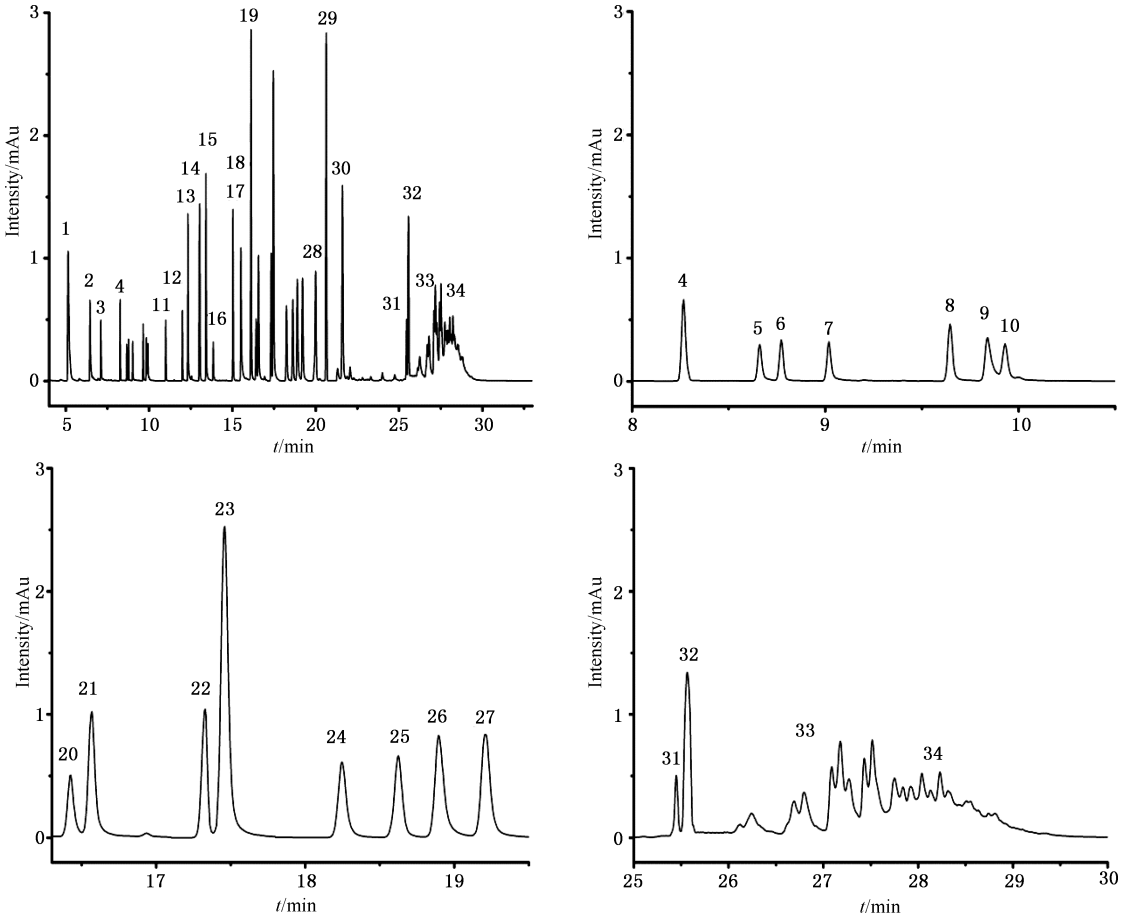


1:DMA;2:DEA;3:DMP;4:DEP;5:TBP;6:DIPP;7:DIBA;8:DALP;9:DBA;10:DPRP;11:DIBP;12:DBP;13:DMOEP;14:DMPP;15:DEOEP;16:DAP;17:ATBC;18:BBOEA;19:TDCPP;20:DHXP;21:BBP;22:DEHA;23:TPP;24:BBPA;25:TEHP;26:DBOEP;27:CDPP;28:DCHP;29:DEHP;30:TOCP;31:DNOP;32:TPCP;33:DINP;34:DIDP。

图 C.1　34 种增塑剂标准物质的总离子流色谱图

附　录　D
（资料性）
34 种增塑剂标准品的选择离子色谱图

34 种增塑剂标准物质的选择离子色谱图见图 D.1。



1:DMA;2:DEA;3:DMP;4:DEP;5:TBP;6:DIPP;7:DIBA;8:DALP;9:DBA;10:DPRP;11:DIBP;12:DBP;13:DMOEP;14:DMPP;15:DEOEP;16:DAP;17:ATBC;18:BBOEA;19:TDCPP;20:DHXP;21:BBP;22:DEHA;23:TPP;24:BBPA;25:TEHP;26:DBOEP;27:CDPP;28:DCHP;29:DEHP;30:TOCP;31:DNOP;32:TPCP;33:DINP;34:DIDP。

图 D.1　34 种增塑剂标准物质的选择离子色谱图

SN/T 2249—2023

中华人民共和国出入境检验检疫
行　业　标　准
塑料原料及其制品中 34 种增塑剂的测定
气相色谱-质谱法
SN/T 2249—2023
*
中国海关出版社有限公司出版发行
北京市朝阳区东四环南路甲 1 号(100023)
编辑部:(010)65194242-7530
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 26 千字
2023 年 11 月第一版 2023 年 11 月第一次印刷
印数 1—500
*
书号:155175·993 定价 18.00 元

SN/T 2249-2023