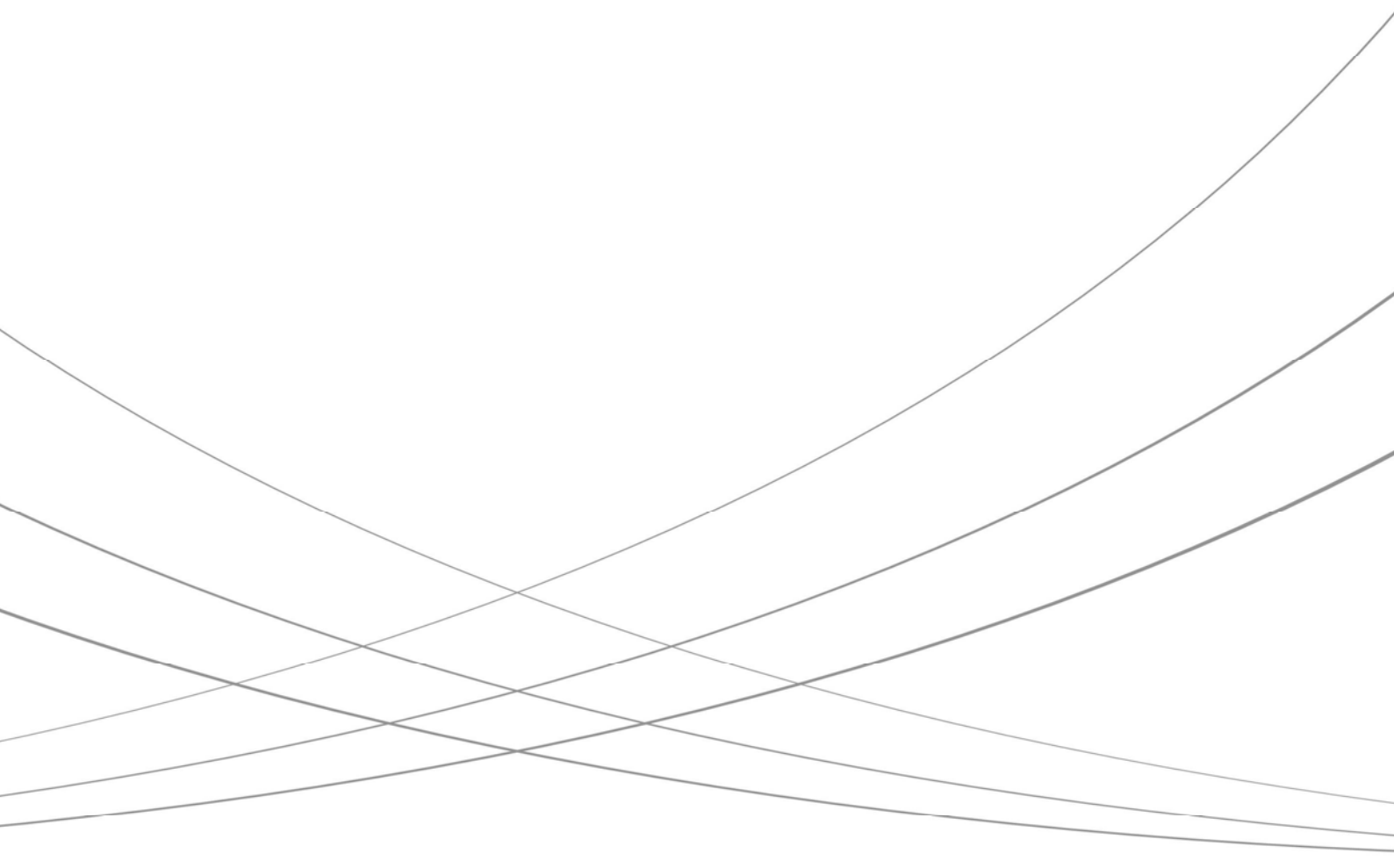


第三方检测解决方案

—RoHS、玩具分册—



序 言

2003年，欧盟发布RoHS和WEEE环保指令，引起全球对电子电器产品环保问题的关注，也对全球电子电器产业带来巨大影响。RoHS指令(2002/95/EC)要求，从2006年7月1日起，在新投放市场的八大类电子电器设备中，限制使用铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯(PBB)和多溴联苯醚(PBDE)6种有害物质。经过几年的努力，电子电器行业已基本能应对RoHS指令。欧盟于2008年提出对RoHS指令的修改草案。这一草案经过各成员国及利益相关方近三年的协商、讨论和修改，终于在2011年6月被欧洲议会、欧盟理事会、欧盟委员会共同批准。2011年7月1日，新版RoHS指令(2011/65/EU)(也称为RoHS2.0版)在欧盟官方杂志上正式发布。它要求欧盟各成员国必须在18个月内将RoHS指令转化成本国法律并实施，即新指令在2013年1月3日正式实施。

我国是玩具出口大国，玩具产品如果是电动玩具，除了满足相关玩具法规如欧盟玩具安全指令2009/48/EC、国际安全标准ISO8124、美国玩具安全标准ASTM F963、美国联邦消费品安全法令CPSA、加拿大玩具法规SOR/2011-17、日本玩具安全标准ST2012、中国玩具安全技术规范GB6675等标准，还必须符合欧盟新版RoHS指令(2011/65/EU)的要求。

目前我国的RoHS、玩具行业检测市场基本上被第三方检测机构所垄断，第三方检测行业呈现出高速发展的态势。而不断提升自身的检测能力已成为第三方检测机构积极面对的一项内容。

岛津公司作为全球著名的分析仪器厂商，进入中国已经30多年，长期以来一直关注国内外各行业各项法规的实施，积极应对，及时提供全面、有效地整体解决方案。

针对我国第三方检测机构的需要，岛津公司推出了《第三方检测解决方案 RoHS、玩具分册》。本方案针对检测中倍受关注的溴类阻燃剂、邻苯二甲酸酯、过敏性香味剂、禁用偶氮芳香胺、重金属元素等建立了快速灵敏的检测方法，其中岛津气相色谱质谱联用仪(GCMS-QP2010 Ultra)具有扫描范围宽，高质量数调谐校正简便，高质量范围偏差小，配备预四极杆，抗污染能力强，在第三方检测机构检测中将发挥重要的作用。希望我们的工作为您带来有益的帮助。

岛津企业管理(中国)有限公司

目 录

RoHS、玩具行业检测法规介绍	4
RoHS行业	
气相色谱质谱联用法检测塑料制品中多溴联苯、多溴联苯醚.....	9
气相色谱质谱联用法检测塑料制品中六溴环十二烷.....	13
气相色谱质谱联用法检测塑料制品中6种邻苯二甲酸酯.....	16
电子电器产品中铅、汞、镉三种重金属测定.....	19
紫外光谱法测定电子电器产品中六价铬含量.....	22
玩具行业	
气相色谱质谱联用法检测塑料制品中15种邻苯二甲酸酯.....	25
气相色谱质谱联用法检测玩具产品中28种致敏性芳香剂.....	29
气相色谱质谱联用法检测毛绒玩具产品中禁用偶氮芳香胺.....	33
玩具材料中重金属迁移量测定.....	37



SHIMADZU
Excellence in Science

RoHS、玩具行业检测法规介绍

2003年，欧盟发布RoHS和WEEE环保指令，引起全球对电子电器产品环保问题的关注，也对全球电子电器产业带来巨大影响。RoHS指令(2002/95/EC)要求，从2006年7月1日起，在新投放市场的八大类电子电器设备中，限制使用铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯(PBB)和多溴联苯醚(PBDE) 6种有害物质。经过几年的努力，电子电器行业已基本能应对RoHS指令。欧盟于2008年提出对RoHS指令的修改草案。这一草案经过各成员国及利益相关方近三年的协商、讨论和修改，终于在2011年6月被欧洲议会、欧盟理事会、欧盟委员会共同批准。2011年7月1日，新版RoHS指令(2011/65/EU) (也称为RoHS2.0版)在欧盟官方杂志上正式发布。它要求欧盟各成员国必须在18个月内将RoHS指令转化成本国法律并实施，即新指令在2013年1月3日正式实施。

新版RoHS指令最大的亮点是，它变成一个CE标志的指令。至此，电子电器产品只有在符合LVD(安全)、EMC(电磁兼容)、EuP(能效)和RoHS(有害物质限制)四项指令时，才能粘贴CE标志。

新版RoHS指令中还有一个被广关注的内容，就是并未象原来预期的那样增加新的被限物质，仍然是6类被限物质。在本次修改过程中，HBCD(六溴环十二烷)、DEHP(邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯)、BBP(邻苯二甲酸丁苄酯)和DBP(邻苯二甲酸二丁酯)4种物质被识别出来，它们的危害性将被优先评估。

我国是玩具出口大国，玩具产品如果是电动玩具，除了满足相关玩具法规如欧盟玩具安全新指令2009/48/EC、国际安全标准ISO8124、美国玩具安全标准ASTM F963、美国联邦消费品安全法令CPSC、消费品安全改进法案CPSIA、加拿大玩具法规 (SOR/2011-17)、日本玩具安全标准ST2012、中国玩具安全技术规范GB6675等标准，还必须符合欧盟新版RoHS指令的(2011/65/EU)要求。

2011年7月20日实施的欧盟玩具安全新指令(2009/48/EC)为史上最严格、最苛刻玩具标准。新指令的协调标准有EN71系列、EN 62115以及EN 55022。欧盟玩具安全新指令对玩具的机械、物理和卫生性能要求都发生了变化，而最主要变化主要体现在对化学性能的要求。

出口欧盟的玩具产品须满足REACH要求；不得含有“致癌，致突变和具生殖毒性”的相关化学物质；在制作玩具过程中广泛使用的邻苯二甲酸二异壬酯、邻苯二甲酸正辛酯、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯等17种物质被列入了高度关注（详见表1），特定重金属的限制也由8种增加为19种（详见表2），并且首次禁止玩具中使用66种过敏性香味剂，其中55种禁用($\leq 100\text{mg/kg}$)，11种含量超过 100mg/kg 时需标识（详见表3）。针对3岁以下及可入口玩具材料，亚硝胺迁移量 $\leq 0.05\text{mg/kg}$ ；亚硝基物质迁移量 $\leq 1\text{mg/kg}$ 。

表1 2009/48/EC指令中邻苯二甲酸酯

序号	邻苯二甲酸酯 (Phthalate)	限量
1	邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)	0.01%
2	邻苯二甲酸正辛酯 (DNOP)	0.01%

3	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯 (DEHP)	0.003%
4	邻苯二甲酸二癸酯(DIDP)	0.01%
5	邻苯二甲酸苯基丁酯(BBP)	0.005%
6	邻苯二甲酸二丁酯(DBP)	0.003%
7	邻苯二甲酸二异辛酯(DIOP)	0.01%
8	邻苯二甲酸二戊酯(DPP)	0.005%
9	邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)	0.005%
10	邻苯二甲酸二丙基酯 (DPRP)	0.005%
11	己二酸二异壬酯 (DINA)	0.02%
12	邻苯二甲酸二甲酯 (DMP)	0.005%
13	邻苯二甲酸二壬酯 (DNP)	0.01%
14	邻苯二甲酸二乙酯 (DEP)	0.005%
15	邻苯二甲酸二异丁酯 (DIBP)	0.01%
16	邻苯二甲酸二苯基酯 (Diphenyl Phthalate)	0.01%
17	邻苯二甲酸二苄酯(Dibenzyl Phthalate)	0.005%

表 2 2009/48/EC 指令中特定重金属

元素	2009/48/EC		
	干燥、易碎、粉状或易弯曲的玩具材料 (mg/kg)	液态或粘性材料 (mg/kg)	可刮取材料 (mg/kg)
铝 Al	5625	1406	70000
锑 Sb	45	11.3	560
砷 As	3.8	0.9	47
钡 Ba	4500	1125	56000
硼 B	1200	300	15000
镉 Cd	1.9	0.5	23
三价铬 Cr ³⁺	37.5	9.4	460
六价铬 Cr ⁶⁺	0.02	0.005	0.2
钴 Co	10.5	2.6	130
铜 Cu	622.5	156	7700
铅 Pb	13.5	3.4	160
锰 Mn	1200	300	15000
汞 Hg	7.5	1.9	94
镍 Ni	75	18.8	930
硒 Se	37.5	9.4	460
锶 Sr	4500	1125	56000
锡 Sn	15000	3750	180000
有机锡	0.9	0.2	12
锌 Zn	3750	938	46000

表3 2009/48/EC 指令中禁止的过敏性香味剂

序号	CAS 号	中文名称	英文名称
1*	97676-35-2	土木香	Alanroot oil (Inula helenium)
2*	1957-6-7	异硫青酸烯丙酯	Allylithiocyanate
3*	140-29-4	苯乙腈	Benzyl cyanide
4*	98-54-4	4-叔丁基苯酚	4 tert-Butylphenol
5*	8006-99-3	荆芥油	Chenopodium oil
6*	4756-19-8	兔耳草醇	Cyclamen alcohol
7*	141-05-9	马来酸二乙酯	Diethyl maleate
8*	119-84-6	二氢香豆素	Dihydrocoumarin
9*	6248-20-0	2,4-二羟基-甲基	2,4-Dihydroxy-3-methylbenzaldehyde
10*	40607-48-5	3,7-二甲基-2-辛烯-1-醇 (6,7-二氢香叶醇)	3,7-Dimethyl-2-octen-1-ol (6,7-Dihydrogeraniol)
11*	17874-34-9	4,6-二甲基-8-叔-丁基香豆精	4,6-Dimethyl-8-tert-butylcoumarin
12*	617-54-9	二甲基柠檬醛	Dimethyl citraconate
13*	26651-96-7	7,11-二甲基-4,6,10-十二烷 三烯-3-酮	7,11-Dimethyl-4,6,10-dodecatrien-3-one
14*	141-10-6	6,10-二甲基-3,5,9-十一三烯 -2-酮	6,10-Dimethyl-3,5,9-undecatrien-2-one
15*	122-39-4	二苯胺	Diphenylamine
16*	140-88-5	丙烯酸乙酯	Ethyl acrylate
17*	68916-52-9	无花果叶子, 新鲜的或制剂	Fig leaf, fresh and preparations
18*	18829-55-5	反式-2-庚烯醛	trans-2-Heptenal
19*	67746-30-9	反式-2-庚烯醛二乙基缩醛	trans-2-Hexenal diethyl acetal
20*	18318-83-7	反式-2-庚烯醛二甲基缩醛	trans-2-Hexenal dimethyl acetal
21*	13393-93-6	氢化松香醇	Hydroabietyl alcohol
22*	622-62-8	4-乙氧基-苯酚	4-Ethoxy-phenol
23*	34131-99-2	6-异丙基-2-十氢萘酚	6-Isopropyl-2-decahydronaphthalenol
24*	531-59-9	7-甲氧基香豆精	7-Methoxycoumarin
25*	150-76-5	4-甲氧基苯酚	4-Methoxyphenol
26*	943-88-4	4-(对-甲氧基苯基)-3-丁 烯-2-酮	4-(p-Methoxyphenyl)-3-butene-2-one

27*	104-27-8	1-(对-甲氧基苯基)-1-戊烯-3-酮	1-(p-Methoxyphenyl)-1-penten-3-one
28*	623-43-8	甲基反式-2-丁烯酸	Methyl trans-2-butenolate
29*	92-48-8	6-甲基香豆精	6-Methylcoumarin
30*	2445-83-2	7-甲基香豆精	7-Methylcoumarin
31*	13706-86-0	5-甲基-2,3-己二酮	5-Methyl-2,3-hexanedione
32*	8023-88-9	木香根油	Costus root oil (Saussurea lappa Clarke)
33*	1987-5-8	7-乙氧基-4-甲基-香豆精	7-Ethoxy-4-methylcoumarin
34*	700-82-3	六氢香豆素	Hexahydrocoumarin
35*	8007-00-9	秘鲁香膏(秘鲁香树渗出物)	Peru balsam, crude (Exudation of
36*	25677-40-1	2-亚戊基-环己酮	2-Pentylidene-cyclohexanone
37*	1117-41-5	3,6,10-硼酸三甲酯-3,5,9-十	3,6,10-Trimethyl-3,5,9-undecatrien-2-on
38*	8024-12-2	马鞭草油	Verbena oil (Lippia citriodora Kunth)
39*	83-66-9	葵子麝香(2,6-二硝基-3-甲氧基-4-叔丁基甲苯)	Musk ambrette (4-tert-Butyl-3-methoxy-2,6-dinitrotoluene)
40*	122-57-6	苯亚甲基丙酮	4-Phenyl-3-buten-2-one
41*	122-40-7	甲位戊基桂醛	Amyl cinnamal
42*	101-85-9	戊基肉桂醇	Amylcinnamyl alcohol
43*	100-51-6	苯甲醇	Benzyl alcohol
44*	118-58-1	水柳酸苄酯	Benzyl salicylate
45*	104-54-1	肉桂醇	Cinnamyl alcohol
46*	104-55-2	亚肉桂基	Cinnamal
47*	5392-40-5	柠檬醛	Citral
48*	91-64-5	香豆素	Coumarin
49*	97-53-0	丁香酚	Eugenol
50*	106-24-1	香叶醇	Geraniol
51*	107-75-5	羟基香茅醛	Hydroxy-citronellal
52*	31906-04-4	羟基-甲基戊基环己烯基甲醛(新铃兰醛)	Hydroxy-methylpentylcyclohexenecarboxaldehyde
53*	97-54-1	异丁子香酚	Isoeugenol
54*	90028-68-5	橡苔提取物	Oakmoss extracts
55*	90028-67-4	树苔提取物	Treemoss extracts
56	105-13-5	茴香醇	Anisyl alcohol
57	120-51-4	苯(甲)酸苄酯	Benzyl benzoate
58	103-41-3	肉桂酸苄酯	Benzyl cinnamate

59	106-22-9	香茅醇	Citronellol
60	4602-84-0	金合欢醇	Farnesol
61	101-86-0	己基肉桂醛	Hexyl cinnamaldehyde
62	80-84-6	铃兰醛	Lilial
63	5989-27-5	右旋烯	d-Limonene
64	78-70-6	沉香醇	Linalool
65	111-12-6	2 辛炔酸甲酯	Methyl heptine carbonate
66	127-51-5	3-甲基-4-(2, 6, 6-三甲基-2-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-酮	3-methyl-4-(2.6,6-trimethyl-2-cyclohexen-1-yl)-3-buten-2-one

备注：*号表示该组分在玩具中禁止使用。

出口到美国的玩具需要通过 ASTM F963 标准的测试，同时需要关注 CPSC 16CFR 的要求与变化，并且需要密切注意美国地方州的法规要求，美国的一些地方法规严于国家的相关规定。

新的日本玩具安全标准（ST2012）已于 2012 年 10 月 3 日发布，并于 2013 年 1 月 1 日起生效。新的 ST2012 由三部分组成。第一部分：机械和物理性能，第二部分：可燃性测试（符合 ISO8124 标准）和第三部分：化学性能（这一部分仍保持 ST2002 第 11 版不变）。

2010 年 12 月 15 日，加拿大政府签署并通过了加拿大消费品安全法案（CCPSA），该法案正式成为加拿大法律。CCPSA 玩具条例（Toys Regulations）（SOR/2011-17）自 2011 年 6 月 20 日起取代之前的危险产品法案（玩具）法规（C.R.C.,c.931）。危险产品法案第一章第一部分和第二部分对玩具做出的禁令、限制和管制将过渡到 CCPSA 相关法规。

我国国家标准 GB 6675《国家玩具安全技术规范》则规定了玩具的机械性能、燃烧安全性能和化学安全性能等要求。

气相色谱质谱联用法检测塑料制品中多溴联苯、多溴联苯醚

摘要: 塑料样品经甲苯索氏提取、硅胶柱净化、浓缩定容后,用气相色谱质谱联用法对其中的多溴联苯、多溴联苯醚进行定性和定量分析。

关键词: 塑料 索氏提取 气相色谱质谱联用法 多溴联苯 多溴联苯醚

多溴联苯(PBBs)、多溴联苯醚(PBDEs)是一种广泛使用的溴代阻燃剂,被广泛应用于塑料和电子等产品中。该阻燃剂在自然环境中很难分解,可通过食物链在动物和人体内积聚,对环境和人体造成严重影响。新版 RoHS 指令中对多溴联苯(PBBs)、多溴联苯醚(PBDEs)作了明确的限量规定。

本文利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 对塑料中的多溴联苯、多溴联苯醚进行分析,分离度、线性关系及重复性好。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra

1.2 色谱条件

色谱柱: MXT-1 15 m × 0.28 mm × 0.1 μm

进样口温度: 280°C

色谱柱温度: 110°C(2min) _ 40°C/min _ 250°C _ 10°C/min _ 300°C(2min) _ 40°C/min _ 325°C(5min)

恒线速度: 76 cm/sec

进样方式: 不分流进样 (1 min)

进样量: 1 μL

离子源温度: 230°C

色谱-质谱接口温度: 290°C

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析, SIM 选择离子模式进行定量分析, 选择离子见表 1。

表 1 溴类阻燃剂名称及选择离子

序号	化合物名称	选择离子 (m/z)
1	一溴联苯 monobromobiphenyl	234、232、152
2	二溴联苯 dibromobiphenyl	312、310、152
3	三溴联苯 tribromobiphenyl	392、390、230
4	四溴联苯 tetrabromobiphenyl	470、310、308
5	五溴联苯 pentabromobiphenyl	550、390、388
6	六溴联苯 hexabromobiphenyl	628、468、466
7	七溴联苯 heptabromobiphenyl	705、546、544
8	八溴联苯 octabromobiphenyl	785、546、544
9	九溴联苯 nonabromobiphenyl	864、705、703

10	十溴联苯	decabromobiphenyl	944、783、781
11	一溴联苯醚	monobromobiphenyl ether	250、248、141
12	二溴联苯醚	dibromobiphenyl ether	328、326、168
13	三溴联苯醚	tribromobiphenyl ether	408、406、248
14	四溴联苯醚	tetrabromobiphenyl ether	488、486、326
15	五溴联苯醚	pentabromobiphenyl ether	564、406、404
16	六溴联苯醚	hexabromobiphenyl ether	643、484、482
17	七溴联苯醚	heptabromobiphenyl ether	722、562、456
18	八溴联苯醚	octabromobiphenyl ether	801、642、639
19	九溴联苯醚	nonabromobiphenyl ether	881、721、719
20	十溴联苯醚	decabromobiphenyl ether	959、799、797

2. 样品制备

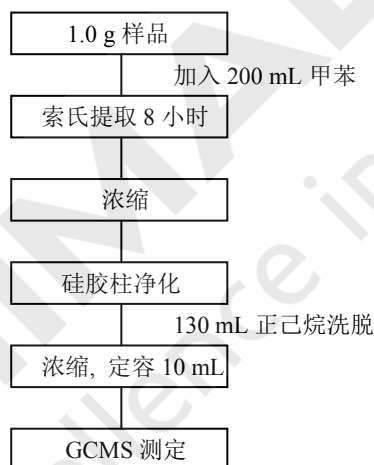


图1 样品制备流程图

3. 结果与讨论

3.1 多溴联苯、多溴联苯醚色谱图

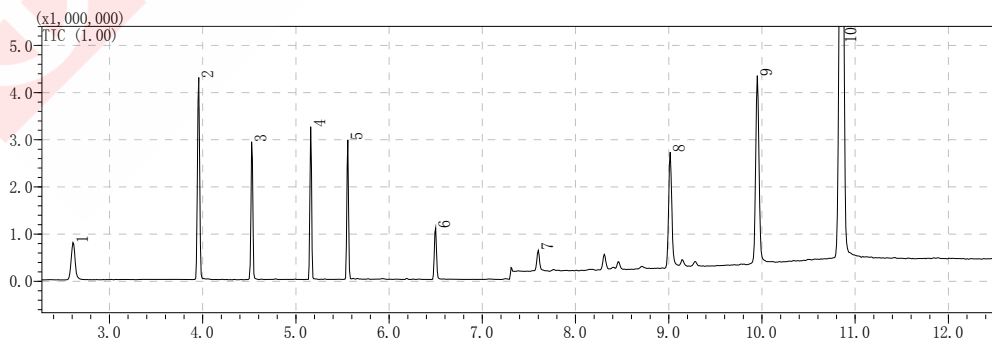


图2 多溴联苯标液色谱图

(1. 1-PBB, 2. 2-PBB, 3. 3-PBB, 4. 4-PBB, 5. 5-PBB, 6. 6-PBB, 7. 7-PBB, 8. 8-PBB, 9. 9-PBB, 10. 10-PBB)

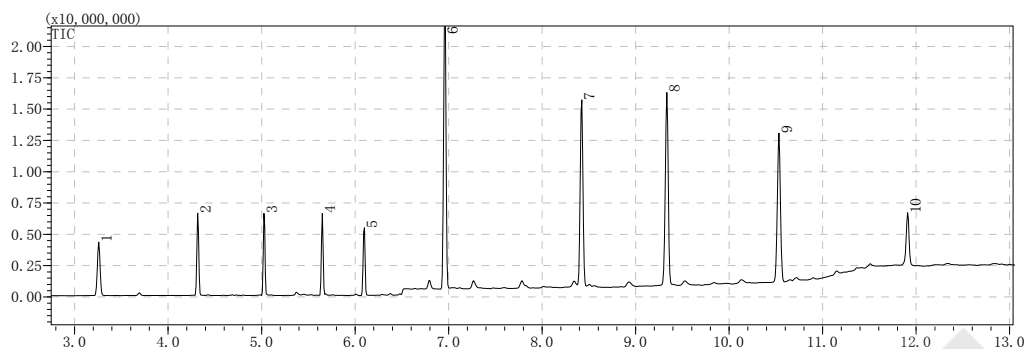


图3 多溴联苯醚标液色谱图

(1. 1-PBDE, 2. 2-PBDE, 3. 3-PBDE, 4. 4-PBDE, 5. 5-PBDE, 6. 6-PBDE, 7. 7-PBDE, 8. 8-PBDE, 9. 9-PBDE, 10. 10-PBDE)

3.2 标准曲线

将 10 种多溴联苯用甲苯稀释，配制成 0.5、1.0、5.0 mg/L 的多溴联苯混合标准溶液，将 10 种多溴联苯醚用甲苯稀释，配制成 0.5、1.0、5.0 mg/L 的多溴联苯醚混合标准溶液，以 SIM 方式采集，以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线，部分组分标准曲线如下：

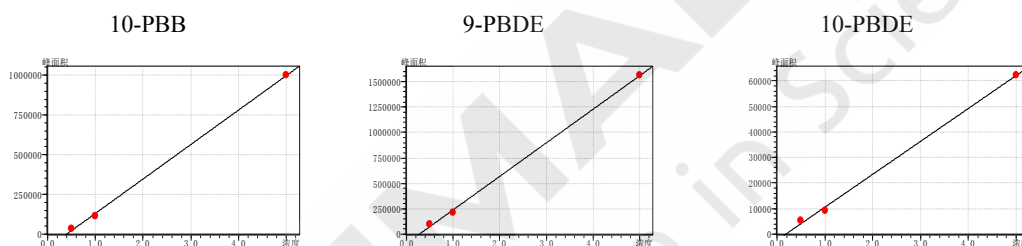


图4 部分多溴联苯、多溴联苯醚标准曲线

表2 多溴联苯、多溴联苯醚标准曲线相关系数、峰面积 RSD、检出限及定量限

序号	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD (%) (n=5)	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)	平均回收率 (%) (n=3)
1	一溴联苯	0.9999	2.5	0.001	0.003	92.1
2	二溴联苯	0.9994	1.8	0.001	0.003	88.4
3	三溴联苯	0.9996	1.1	0.001	0.003	90.7
4	四溴联苯	0.9990	1.7	0.001	0.003	93.7
5	五溴联苯	0.9997	1.8	0.001	0.003	93.8
6	六溴联苯	0.9991	3.8	0.001	0.003	95.1
7	七溴联苯	0.9997	2.6	0.001	0.003	96.7
8	八溴联苯	0.9994	1.1	0.002	0.007	91.4
9	九溴联苯	0.9996	3.7	0.003	0.01	94.6
10	十溴联苯	0.9992	3.8	0.003	0.01	97.7
11	一溴联苯醚	0.9991	1.9	0.001	0.003	95.3
12	二溴联苯醚	0.9990	1.4	0.001	0.003	94.1
13	三溴联苯醚	0.9992	34	0.001	0.003	90.2
14	四溴联苯醚	0.9994	1.7	0.001	0.003	93.4

15	五溴联苯醚	0.9989	2.2	0.001	0.003	91.1
16	六溴联苯醚	0.9991	3.4	0.001	0.003	95.5
17	七溴联苯醚	0.9990	4.1	0.002	0.006	93.8
18	八溴联苯醚	0.9991	3.6	0.003	0.01	96.8
19	九溴联苯醚	0.9996	3.1	0.003	0.01	95.2
20	十溴联苯醚	0.9997	4.0	0.004	0.02	94.9

3.3 重复性测试

分别取 1.0 mg/L 的多溴联苯混合标准溶液和多溴联苯醚混合标准溶液进行重复性测试，结果见表 2。

3.4 检出限和定量限

以 3 倍信噪比计算多溴联苯及多溴联苯醚的检出限，以 10 倍信噪比计算多溴联苯及多溴联苯醚的定量限。结果见表 2。

3.5 回收率测试

称取三份空白样品各 1.0 g，将多溴联苯及多溴联苯醚混合标准溶液添加于样品中，添加浓度为 1.0 mg/L，按上述方法进行样品前处理，考察方法回收率。回收率测试见表 2，多溴联苯及多溴联苯醚平均回收率在 88%~97% 之间，完全满足检测的需要。

3.6 样品测试

取 1 μ L 塑料样品溶液进样，得到该样品的色谱图如下图，该样品检测出十溴联苯醚含量为 571.9 mg/kg，其余组分未检测出。

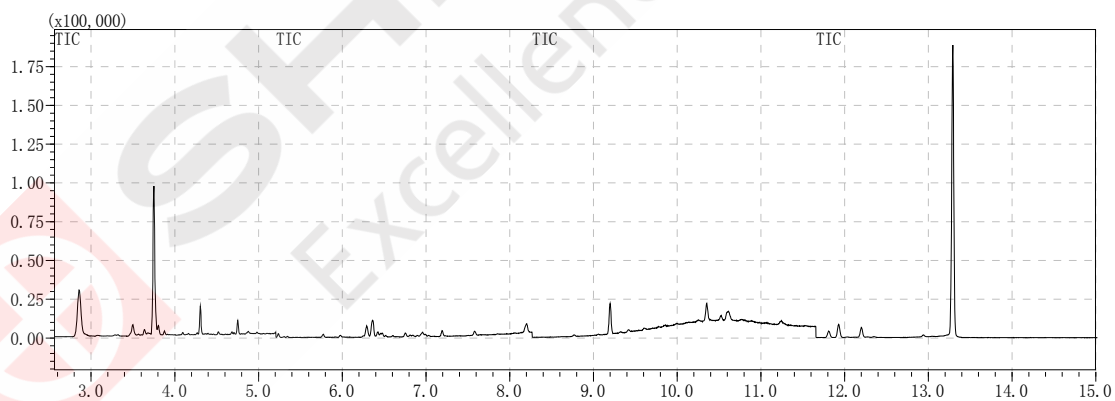


图 5 塑料样品色谱图

4. 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相质谱联用仪，对塑料制品中的多溴联苯、多溴联苯醚进行了分析，结果线性关系及重复性良好，定量准确，完全能满足日常定性定量分析的要求。

气相色谱质谱联用法检测塑料制品中六溴环十二烷

摘要：塑料样品经索氏提取，硅胶柱净化、浓缩定容，用气相色谱质谱联用法对其中的六溴环十二烷进行定性和定量分析。

关键词：塑料 索氏提取 气相色谱质谱联用法 六溴环十二烷

六溴环十二烷（HBCD）是一种高溴含量的脂环族添加型阻燃剂，它具有用量低，阻燃效果好、对材料物理性能影响小等特点。主要用于 EPS，聚丙烯和其它苯乙烯树脂中，更能表现出它的优异性能。在 PBB/PBDE 被限制后，作为替代物被大量应用。尽管 HBCD 具有优良的阻燃效果，但其对人类和环境会构成潜在的长期的危害。国际环保组织已将其列入《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》（POPs）名单；目前世界各国特别是发达国家都在自觉控制 HBCD 的产量和排量。六溴环十二烷（HBCD）属于挪威 PoHS 管控的物质，也同属于欧盟 REACH 管控物质。

本文利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 对中的六溴环十二烷（HBCD）进行分析，线性关系及重复性好，定量准确。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra

1.2 色谱条件

色谱柱：MXT-1 15 m × 0.28 mm × 0.1 μm

色谱柱温度：110 °C(2min) _ 40°C/min _ 250°C _ 10°C/min _ 300°C(2min) _ 40°C/min _ 325°C(5 min)

进样口温度：250 °C

线速度：66.8 cm/sec

进样方式：不分流进样 (1 min)

进样量：1 μL

离子源温度：250 °C

色谱-质谱接口温度：290 °C

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式进行定量分析。

HBCD 定量离子 239 m/z；定性离子 157, 319, 399 m/z。

2. 样品制备

准确称取粉碎均匀 1.0 g 试样，加入 200 mL 甲苯，索氏提取 8 小时，浓缩至 5 mL，经玻璃硅胶层析柱净化，130 mL 正己烷洗脱，浓缩定容至 10 mL，过 0.45 μm 有机滤膜后上机测试。

3. 结果与讨论

3.1 六溴环十二烷标准溶液色谱图

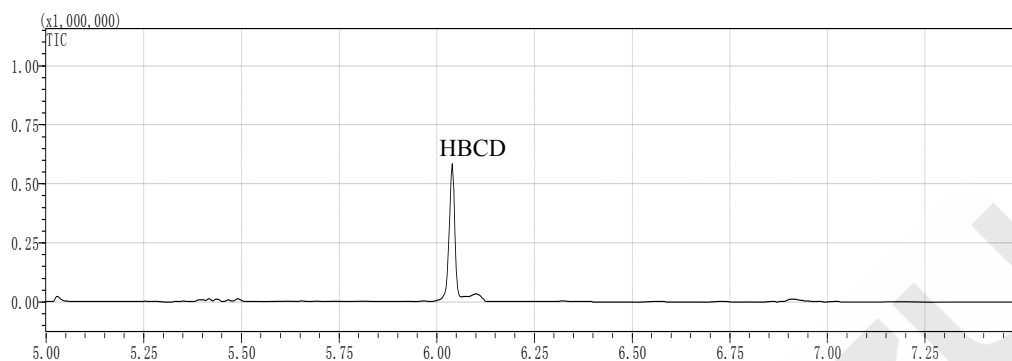


图1 六溴环十二烷标准溶液色谱图

3.2 标准曲线

配制浓度分别为 0.1、1.0、5.0、10.0 mg/L 的六溴环十二烷 (HBCD) 标准溶液, 以 SIM 方式采集, 得到的标准曲线如图 2 所示, 相关系数为 0.9995。

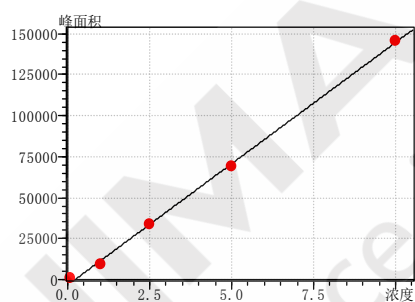


图2 六溴环十二烷标准曲线

3.3 重复性测试

取 1.0 mg/L 的六溴环十二烷 (HBCD) 标准溶液连续进样 5 次, 进行重复性实验, 峰面积及保留时间结果见表 1。

表1 HBCD 峰面积与保留时间重复性结果(n=5)

序号	峰面积	保留时间 (min)
1	7668	6.038
2	7172	6.037
3	7730	6.037
4	7682	6.037
5	7376	6.037
RSD(%)	3.2	0.01

3.4 检出限和定量限

以 3 倍信噪比计算六溴环十二烷检出限为 0.002 mg/L, 以 10 倍信噪比计算六溴环十二烷定量限为 0.007 mg/L。

3.5 回收率测试

称取三份试样各 1.0 g, 将六溴环十二烷标准溶液添加于样品中, 添加浓度为 1.0 mg/L, 按上述方法进行样品前处理, 考察方法回收率。加标试样中六溴环十二烷的平均回收率为 92.3%, 完全满足检测的需要。

3.6 样品测试

取 1 μ L 塑料样品溶液进样, 得到该样品的色谱图见图 3, 该样品未检测出六溴环十二烷。

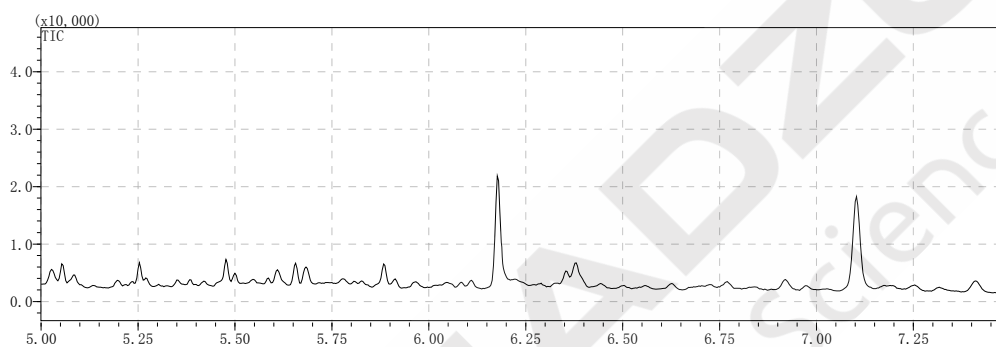


图 3 塑料样品色谱图

4. 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相质谱联用仪, 对塑料制品中的六溴环十二烷进行了分析, 线性关系及重复性良好, 定量准确, 完全满足日常定性定量分析的要求。

气相色谱质谱联用法检测塑料制品中 6 种邻苯二甲酸酯

摘要： 塑料样品经三氯甲烷索氏提取、硅胶柱净化、浓缩定容后，用气相色谱质谱联用法对其中的6种邻苯二甲酸酯进行定性和定量分析。

关键词： 塑料 气相色谱质谱联用法 邻苯二甲酸酯

邻苯二甲酸酯类物质(简称PAEs)是一类环境激素，动物实验表明其对人类和动物有雌性激素效应，可以引起内分泌失调，使之出现生殖系统病变。因此，对塑料制品中邻苯二甲酸酯类增塑剂含量进行有效地分析检测，建立快速、灵敏、准确的分析方法有着重要意义。

本文利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 对塑料样品中的 6 种邻苯二甲酸酯进行分析，分离度、线性关系及重复性好。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra

1.2 色谱条件

色谱柱：Rtx-5 ms 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃

柱温程序：150℃(1min)_20℃/min_300℃ (8min)

恒线速度：42 cm/sec

进样方式：不分流进样 (1 min)

进样量：1 μL

离子源温度：250℃

色谱质谱接口温度：300℃

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式进行定量分析，选择离子见表 1。

表 1 6 种邻苯二甲酸酯选择离子

序号	化合物名称	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	149	205、223
2	邻苯二甲酸苯基丁酯 (BBP)	149	206、238
3	邻苯二甲酸二己酯 (DEHP)	149	167、279
4	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)	279	261、279
5	邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)	293	127、149
6	邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)	307	149、141

2. 样品制备

准确称取粉碎均匀 1.0 g 试样，加入 200 mL 三氯甲烷，索氏提取 8 小时，浓缩至 5 mL，经玻璃硅胶层析柱净化，浓缩定容至 10 mL，过 0.45 μm 有机滤膜后上机测试。

3. 结果与讨论

3.1 6种邻苯二甲酸酯标样色谱图

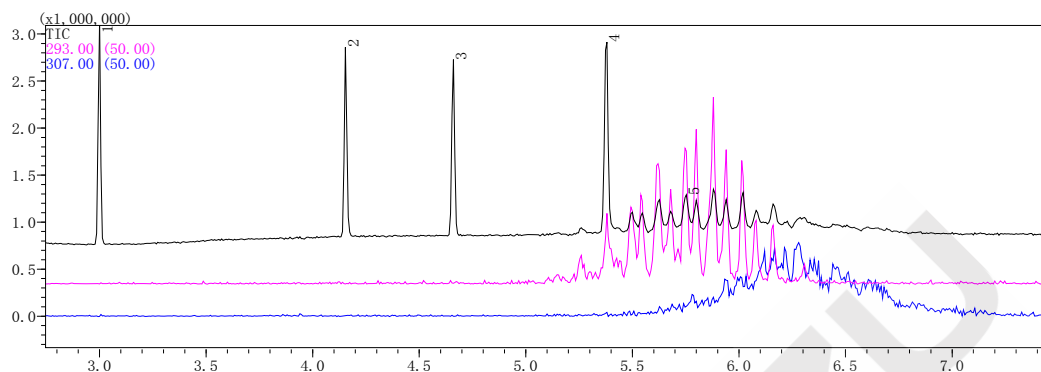


图1 6种邻苯二甲酸酯标样色谱图

3.2 标准曲线

配制 DBP、BBP、DEHP、DNOP 浓度为 3.0、10、20、30 mg/L 的标准溶液，DINP、DIDP 浓度为 10、30、50、100 mg/L 的标准溶液，SIM 方式采集，以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线，部分组分标准曲线如下：

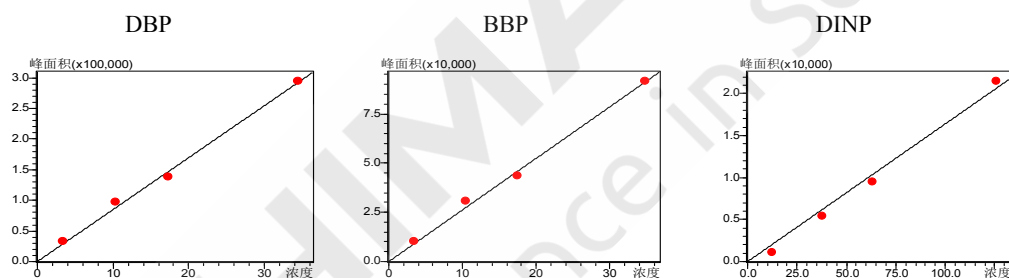


图2 部分邻苯二甲酸酯组分标准曲线

表2 6种邻苯二甲酸酯标准曲线相关系数、峰面积 RSD、检出限及定量限

No.	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD (%, n=5)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)	平均回收率 (%, n=3)
1	DBP	0.9993	0.56	0.003	0.010	95.1
2	BBP	0.9994	3.56	0.010	0.040	90.4
3	DEHP	0.9992	2.45	0.003	0.010	91.3
4	DNOP	0.9990	3.78	0.004	0.010	88.7
5	DINP	0.9997	4.02	0.03	0.10	94.8
6	DIDP	0.9994	3.65	0.03	0.10	91.9

3.3 重复性测试

取邻苯二甲酸酯混合标准溶液(其中 DBP、BBP、DEHP、DNOP 浓度为 3.0 mg/L, DINP、DIDP 浓度为 10 mg/L)进行重复性测试,结果见表 2。

3.4 检出限和定量限

以 3 倍信噪比计算 6 种邻苯二甲酸酯检出限，以 10 倍信噪比计算 6 种邻苯二甲酸酯定量限。结果见表 2。

3.5 回收率测试

称取三份试样各 1.0 g，将 6 种邻苯二甲酸酯混合标准溶液添加于样品中，添加浓度为 DBP、BBP、DEHP、DNOP 为 5.0 mg/L，DINP、DIDP 浓度为 20 mg/L，按上述方法进行样品前处理，考察方法回收率。回收率测试见表 2。6 种邻苯二甲酸酯平均回收率在 88~96% 之间，完全满足检测的要求。

3.6 样品测试

取 1 μ L 塑料样品溶液进样，得到该样品的色谱图如下，该样品检测出 DBP 含量为 101.2 mg/kg，DEHP 含量为 294.9 mg/kg，其余组分未检测出。

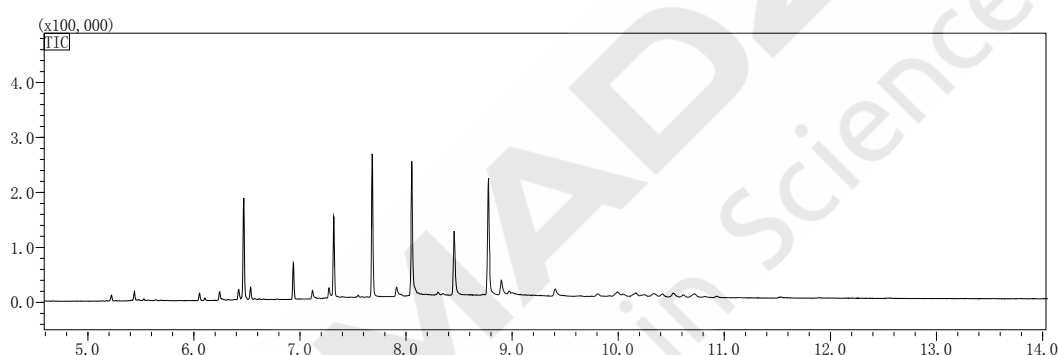


图 3 塑料样品色谱图

4. 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相质谱联用仪，对塑料制品中的 6 种邻苯二甲酸酯进行了分析，结果线性关系及重复性良好，定量准确，完全能满足日常定性定量分析的要求。

电子电器产品中铅、汞、镉三种重金属测定

摘要: 参考欧洲标准 EN1122, 采用微波消解的前处理方式, 电感耦合等离子体发射光谱测定了电子电器产品中的铅、镉、汞含量, 实验结果表明, 这三个元素在 0~100 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内有良好的线性关系, 相关系数 $r \geq 0.998$, 铅、镉、汞的检出限分别是 1.9 $\mu\text{g/L}$ 、0.19 $\mu\text{g/L}$ 、0.7 $\mu\text{g/L}$, 加标回收率在 90.5%~96.3%之间, 该方法具有灵敏度高, 测定快速的特点, 可以满足电子电器产品中金属元素限值的要求。

关键词: ICP-AES 电子电器产品 铅 镉 汞

电子电器产品在生产过程中大量使用的焊锡、包装箱印刷的油墨等都含有铅镉等有害重金属。铅会引起慢性神经中毒症状; 镉在人体的肾脏和肝脏中蓄积, 造成积累性中毒, 可使骨骼疼痛、骨折, 甚至引发癌症; 汞对人的神经系统、肾、肝脏都会有严重破坏。欧盟于2006年7月1日起开始实施RoHS, 对使用或含有重金属以及多溴二苯醚PBDE, 多溴联苯PBB等阻燃剂的电子电器产品将不允许进入欧盟市场。欧盟议会和欧盟理事会颁布了关于在电子电气设备中限制使用某些有害物质的2011/65/EU指令, 指令条款中禁止的物质及其在均质材料中最高含量不得超过以下限值: Pb(0.1%)、Hg(0.1%)、Cd(0.01%)、Cr⁶⁺(0.1%)。

而欧盟是中国机电产品出口的主要市场, 所以对于电子电器产品中有害金属元素的测定显得尤为重要。本文参考欧洲标准 EN1122: 2001 “欧盟关于塑胶和涂层中镉含量的检测”; SN/T 2004.2-2005 “电器产品总铅、镉、铬的测定”, 使用微波消解, 测试了电子电气产品中的铅、镉、汞。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

浓硝酸 (优级纯); 浓盐酸 (优级纯); 30%双氧水

2. 样品制备

准确称取混匀试样 0.5 g 于聚四氟乙烯微波消解罐中, 然后加入 6 mL 优级纯的硝酸, 2 mL 优级纯盐酸, 1 mL 双氧水, 进行微波消解。冷却, 将消解液转移至 50 mL 容量瓶中, 用纯水定容至刻度。将消解液过滤后上机测试。同时做加标回收率及空白实验。

3. 结果与讨论

3.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频功率 (kW)	曝光时间 (s)
轴向	同心	微型	旋流	14	1.2	0.7	1.2	40

3.2 标准曲线的制作

各标准点浓度如下表 2 所示

表 2 各元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (μg/L)			
Pb	0	20	50	100
Cd	0	20	50	100
Hg	0	20	50	100

标准曲线如下

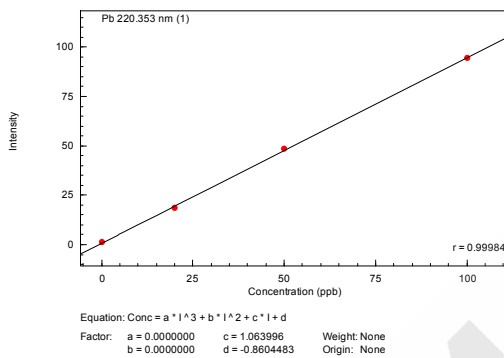


图1 铅的标准曲线图

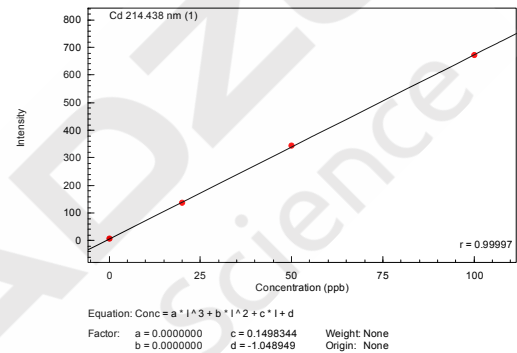


图2 镉的标准曲线图

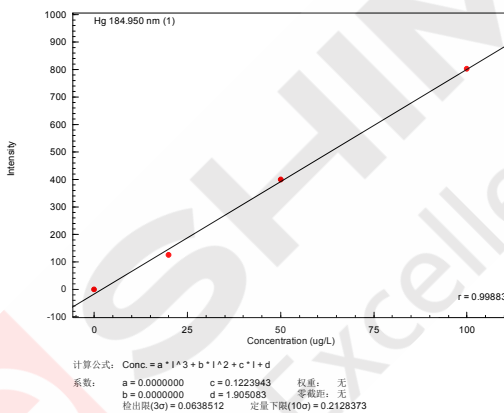


图3 汞的标准曲线图

3.3 谱线轮廓图

各元素的轮廓图如下:

Pb 220.353 Best
Cond 1

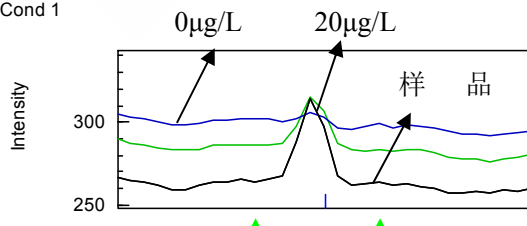


图 4 铅的谱峰轮廓图

Hg 184.950 Best
条件1

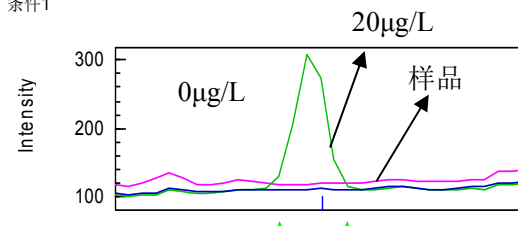


图 5 汞的谱峰轮廓图

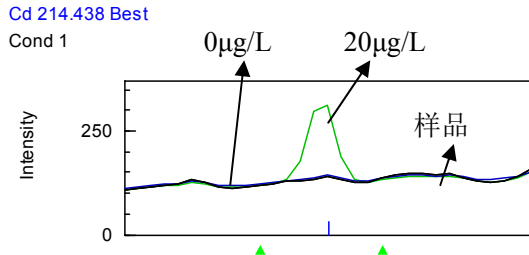


图 6 镉的谱峰轮廓图

3.4 方法检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定,以 3 倍空白溶液浓度的标准偏差算得铅、镉、铊的仪器检出限分别为 1.9 $\mu\text{g/L}$ 、0.19 $\mu\text{g/L}$ 、0.7 $\mu\text{g/L}$ 。

3.5 样品测定结果及加标回收率

样品测定结果及加标回收率结果见表 3。

表3 样品测定结果及加标回收率 (单位: $\mu\text{g/L}$)

样品名称	测定元素	测定值	加标量	加标后测定结果	回收率(%)
1#	铅	30.6	40	66.8	90.5
	镉	0.27	10	9.9	96.3
	汞	1.71	40	38.9	93.0

4. 结论

采用微波消解的前处理方式,电感耦合等离子体发射光谱测定了电子电器中的铅、镉、汞含量,实验结果表明,这三个元素在 0~100 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内有良好的线性关系,相关系数 $r \geq 0.998$,铅、镉、汞的检出限分别是 1.9 $\mu\text{g/L}$ 、0.19 $\mu\text{g/L}$ 、0.7 $\mu\text{g/L}$,加标回收率在 90.5%~96.3%之间,该方法具有灵敏度高,测定快速的特点,可以满足电子电器产品中金属元素限值的要求。

紫外光谱法测定电子电器产品中六价铬含量

摘要: 本文参考IEC62321-2008《比色法测试聚合物和电子装置中六价铬》，使用紫外分光光度法对电子电器产品中六价铬含量进行了测试。实验线性相关系数 $R^2=0.999$ ，回收率90.3%。结果表明，该方法简单方便、可准确测定电子电器产品中六价铬的含量。

关键词: 紫外分光光度法 电子电器产品 六价铬

机电产品出口在我国出口中所占比重高达55%，而欧盟是中国机电产品出口的主要市场。由于不少厂商的环保理念和工艺水平落后，RoHS指令使得很多中国机电产品面临欧盟的环保壁垒。

《电子信息产品污染防治管理办法》规定，自2006年7月1日起，列入电子信息产品污染防治重点防治目录中的电子信息产品中不得含有Pb、Hg、Cd、 Cr^{6+} 、聚合溴化联苯乙醚和聚合含溴化联苯及其他有毒有害物质。欧盟议会和欧盟理事会颁布了关于在电子电气设备中限制使用某些有害物质的2011/65/EU指令，指令条款中禁止的物质及其在均质材料中最高含量不得超过以下限值：Pb(0.1%)、Hg(0.1%)、Cd(0.01%)、 Cr^{6+} (0.1%)。

本文参考 IEC62321-2008《比色法测试聚合物和电子装置中六价铬》，使用紫外分光光度法对电子电器产品中六价铬含量进行了测试。结果显示，该方法操作方便，简单易行。

1. 实验部分

1.1 实验原理

样品在碱性提取液中提取。提取液中的 Cr^{6+} 浓度在酸性条件下与二苯卡巴肼反应，生产紫红色络合物，在波长 540 nm 下测量其吸光度，根据标准工作曲线，计算试样中六价铬的含量。

1.2 仪器

岛津公司紫外分光光度计 UV-2600（配 10mm 石英比色皿）

水浴加热震荡器

1.3 试剂

1.3.1 硝酸 ($\rho=1.4$ g/mL, 优级纯); 碳酸钠; 氢氧化钠; 磷酸盐缓冲液 (pH=7); 铬酸铅; 丙酮;

1.3.2 消解溶液: 在1L容量瓶中用水溶解20.2g NaOH和30.0 g Na_2CO_3 并稀释至刻度。储存在25℃的密闭聚乙烯瓶中，且每月重新配置。使用前检测其pH (pH>11.5)。

1.3.3 六价铬标准溶液: 用水稀释六价铬储备液至5 mg/L。

1.3.4 硫酸, 10% (v/v);

1.3.5 二苯卡巴肼溶液: 用50 mL丙酮溶解250mg二苯卡巴肼。储存在棕色瓶中。使用前，检测溶液变色情况。如果溶液褪色，重新配制。

2. 样品制备

准确称取 1.0571 g 样品置于干净的消解容器中，加入 50 mL 消解液。持续震荡，水浴

加热至 90℃，保持 3 h，3 h 后持续震荡下，冷却至室温。通过 0.45 μm 滤膜过滤。消解容器冲洗溶液一并加入过滤器，转移到 100 mL 容量瓶中，逐滴加入 HNO₃，调节溶液 pH 至 7.5±0.5，纯水定容。取 15 mL 溶液至 20 mL 容量瓶，缓慢加入 10% H₂SO₄ 并调节溶液 pH 至 2.5±0.5，纯水定容。定量转移 20 mL 溶液至 25 mL 容量瓶，加 2.0 mL 二苯卡巴肼溶液，纯水定容。颠倒几次以混合并放置 5~10 min，以充分显色。转移适量溶液至 1 cm 比色皿，以零点作为比色时的参比液。于波长 540 nm 处测定吸光度。

3. 结果与讨论

3.1 标准曲线

分别取六价铬标准使用液 0、0.25、0.50、1.00、2.50 mL 标准使用液纯水定容至 25 mL 比色管中（分别相当于 0.00、0.05、0.10、0.20、0.50 mg/L 的六价铬）。加 2.0 mL 二苯卡巴肼溶液，纯水定容。以零点作为比色时的参比液。用 1 cm 比色皿于波长 540 nm 处测定吸光度。

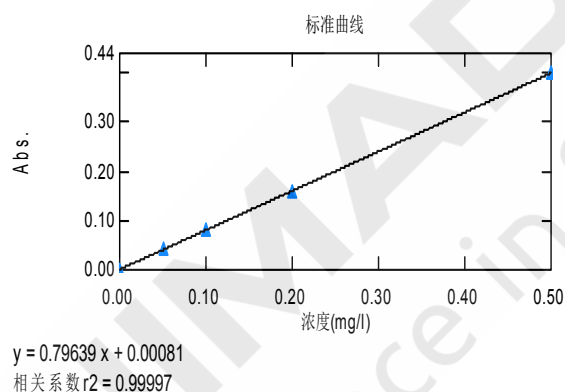


图 1 Cr⁶⁺标准曲线

3.2 样品测定结果

样品按以下公式进行计算

$$C(\text{mg/g}) = [(C_1 - C_2) \times V_2 \times V] / (V_1 \times M)$$

M: 样品质量, g;

C: 样品含量, mg/g;

C₁: 样品测定浓度, mg/L;

C₂: 空白测定浓度, mg/L;

V: 定容体积, mL; V₁: 分取体积, mL;

V₂: 分取体积, mL

表 1 样品测定结果

称样量(g)	定容体积(mL)	测定值(mg/L)	含量(mg/Kg)
1.06	100	0.025	1.81

3.3 加标回收实验

取 1.0128 g 样品加 5 mg/L 的标液 0.5mL，按照样品前处理方式进行，结果如表 2.

表 2 加标回收率测试结果

称样量(g)	加标量(mg/L)	测定值(mg/L)	回收率(%)
1.01	0.1	0.114	90.3

3.4 方法检出限

在选定实验条件下对样品空白连续测定 10 次，计算方法检出限为 0.026 mg/Kg。

4. 结论

本文使用紫外分光光度法对电子电器产品中六价铬含量进行了测试。实验线性良好，回收率高，结果表明该方法简单方便、可快速测定电子电器产品中六价铬含量。



SHIMADZU
Excellence in Science

气相色谱质谱联用法检测塑料制品中 15 种邻苯二甲酸酯

摘要: 建立了气质联用仪检测塑料制品中 15 种邻苯二甲酸酯的分析方法, 样品经三氯甲烷索氏提取, 硅胶层析柱净化, 用 GCMS 进行检测。15 种邻苯二甲酸酯的加标回收率在 75~111%之间, 均能满足日常检测的要求。

关键词: 气质联用仪 邻苯二甲酸酯

邻苯二甲酸酯 (PAEs), 是塑胶工业中最为常见的塑化剂。在日常工业上被广泛添加于高分子塑胶产品的生产, 亦可添加于胶合剂、涂料、油墨中。研究表明, 邻苯二甲酸酯是环境激素类物质中的一类重要化合物, 可混在食物、空气和其它物质中, 通过消化、呼吸器官和皮肤进入人体发挥类似雌激素的作用, 致使人体肢体畸形、内分泌失调、生殖系统病变等。

欧盟玩具安全新指令 2009/48/EC 对制作玩具过程中广泛使用的邻苯二甲酸二异壬酯、邻苯二甲酸正辛酯、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯等 17 种物质作了明确的限量规定。

本文采用岛津 GCMS 检测塑料制品中 15 种邻苯二甲酸酯, 样品经三氯甲烷提取后, 经硅胶层析柱净化, 方法能够有效的检测塑料制品中邻苯二甲酸酯的含量。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra

1.2 色谱条件

色谱柱: Rtx-5 ms, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序: 90°C(1 min) _15°C/min_210°C(2 min)_5°C/min_240°C(5 min)_5°C/min_250°C (5 min) _25°C/min_300°C(9 min)

进样口温度: 280°C

恒线速度方式: 37.0 cm/sec

进样方式: 不分流进样 (1 min)

进样量: 1 μL

离子源: 250°C

色谱质谱接口温度: 300°C

采集方式: SIM 模式, 各组分选择离子见表 1。

表 1 邻苯二甲酸酯组分名称及选择离子

No.	中文名称	英文缩写	定量离子(m/z)	参考离子(m/z)
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	163	194、133
2	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	149	223、205
3	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	149	223、205
4	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	DMEP	149	104、207

5	邻苯二甲酸二-4-甲基-2-戊基酯	BMPP	149	251、167
6	邻苯二甲酸二乙氧基乙基酯	DEEP	149	221、176
7	邻苯二甲酸二正戊酯	DPP	149	219、237
8	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	149	251、233
9	邻苯二甲酸丁基卞基酯	BBP	149	238、206
10	邻苯二甲酸二丁氧基乙基酯	DBEP	149	193、176
11	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	149	167、249
12	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	149	167、279
13	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	279	149、261
14	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	293	149、275
15	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	307	149、289

2. 样品制备

准确称取粉碎均匀 1.0 g 试样，加入 200 mL 三氯甲烷，索氏提取 8 小时，浓缩至 5 mL，经玻璃硅胶层析柱净化，浓缩定容至 5 mL，过 0.45 μm 有机滤膜后上机测试。

3. 结果与讨论

3.1 15 种邻苯二甲酸酯标准溶液谱图

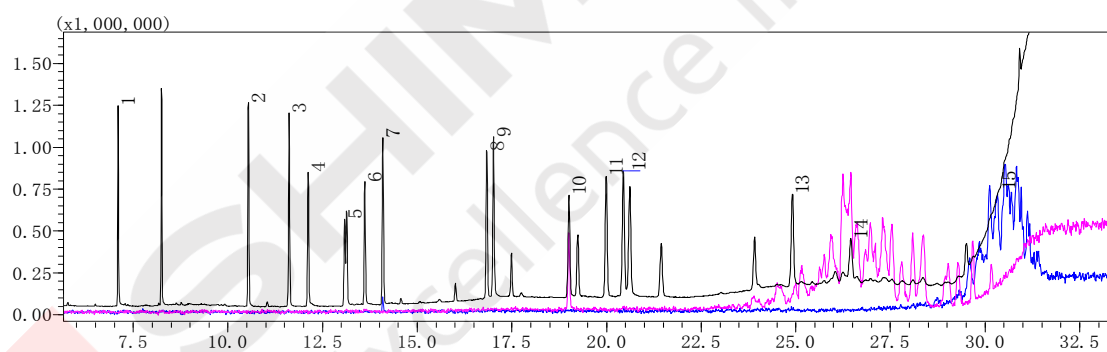


图 1 15 种邻苯二甲酸酯标准溶液色谱图

3.2 标准曲线

分别配制浓度为 0.05、0.1、0.5、1.0、5.0 mg/L 的邻苯二甲酸酯混合标准溶液（DINP、DIDP 的浓度分别为 2.0、4.0、20、40、80 mg/L），SIM 方式采集，以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线，部分邻苯二甲酸酯标准曲线如图 2 所示。取浓度为 0.1 mg/L（其中含 DINP、DIDP 浓度为 4.0 mg/L）的邻苯二甲酸酯混合标准连续进样 5 次，计算各邻苯二甲酸酯组分峰面积的相对标准偏差。以 3 倍信噪比和 10 倍信噪比分别计算 15 种邻苯二甲酸酯检出限及定量限，结果见表 2。

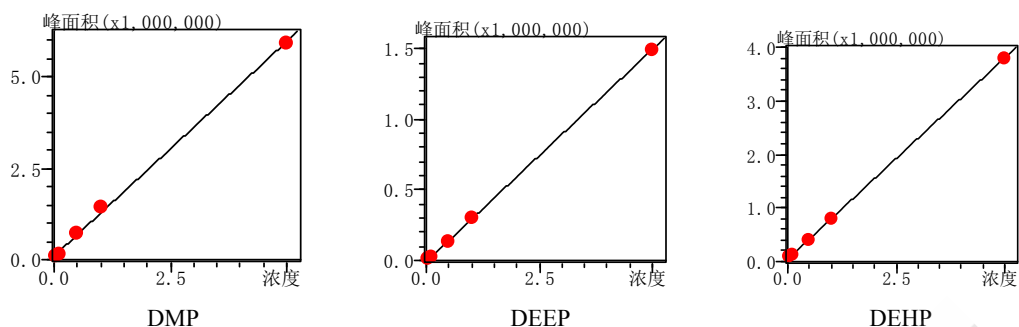


图2 部分邻苯二甲酸酯组分标准曲线

表2 邻苯二甲酸酯组分标准曲线相关系数、峰面积 RSD、检出限、定量限及回收率结果

No.	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD (%, n=5)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量限 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
1	DMP	0.9993	3.6	0.51	1.6	89.7
2	DIBP	0.9983	1.0	0.49	1.5	110.9
3	DBP	0.9998	0.9	0.34	1.2	93.8
4	DMEP	0.9999	1.9	1.41	4.5	96.4
5	BMPP	0.9999	1.4	1.94	6.0	101.5
6	DEEP	0.9999	1.2	3.14	10.0	87.8
7	DPP	0.9991	1.0	1.31	4.0	89.9
8	DHXP	0.9998	1.2	0.46	1.5	100.9
9	BBP	0.9999	2.2	1.20	4.0	95.7
10	DBEP	0.9996	2.3	2.23	6.7	91.0
11	DCHP	0.9999	1.6	1.38	4.5	99.6
12	DEHP	0.9999	1.5	0.49	1.5	98.0
13	DNOP	0.9975	2.7	4.2	12.6	97.7
14	DINP	0.9934	2.6	21.07	100	79.2
15	DIDP	0.9964	5.0	22.03	100	75.2

3.3 回收率测试

在塑料样品中加入邻苯二甲酸酯混合标准溶液，其中添加 DMP、DNOP 等 13 种组分浓度为 0.1 mg/L，DINP、DIDP 浓度为 4.0 mg/L，按照上述前处理步骤进行样品前处理，塑料样品加标回收率结果见表 2。

3.4 样品测试

按照前述前处理步骤对塑料样品进行处理，取 1 μL 进样。该样品色谱图见图 3，测定结果见表 3。

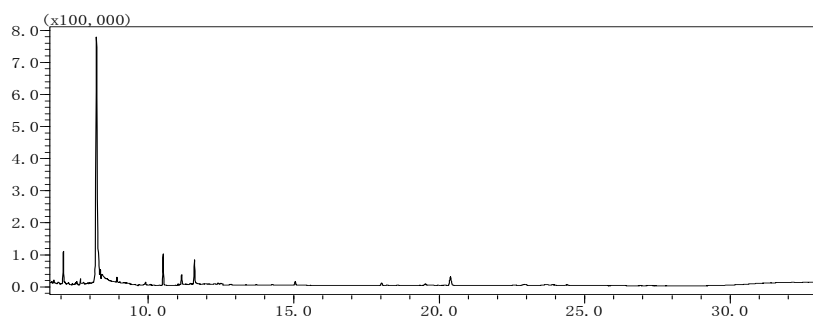


图3 塑料样品色谱图

表3 塑料样品测定结果

No.	化合物	含量 (mg/kg)	No.	化合物	含量 (mg/kg)
1	DMP	N.D	9	BBP	N.D
2	DIBP	N.D	10	DBEP	N.D
3	DBP	40.4	11	DCHP	N.D
4	DMEP	N.D	12	DEHP	62.2
5	BMPP	N.D	13	DNOP	N.D
6	DEEP	N.D	14	DINP	N.D
7	DPP	N.D	15	DIDP	N.D
8	DHXP	N.D			

注：N.D 为未检出

4. 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相质谱联用仪，对塑料制品中的 15 种邻苯二甲酸酯进行了分析，结果线性关系及重复性良好，15 种邻苯二甲酸酯的加标回收率在 75~111% 之间，完全能满足日常定性定量分析的要求。

气相色谱质谱联用法检测玩具产品中 28 种致敏性芳香剂

摘要：建立了气质联用仪检测玩具产品中 28 种致敏芳香剂的分析方法，样品经甲醇超声提取，过滤后，用 GCMS 进行检测。28 种致敏芳香剂的加标回收率在 80~120%之间，均能满足日常检测的要求。

关键词：气质联用仪 致敏芳香剂

芳香剂是最常见的致敏性物质。当皮肤接触这些物质时，会产生过敏并使皮肤变红，水肿，甚至产生炎症，过敏反应。在欧洲约有 2%的儿童对芳香剂过敏。只有避免皮肤不致敏性物质接触，才能预防接触性过敏。但是芳香剂在很多产品上都有使用，很多儿童都无法避免跟这些物质接触，所以应严格控制芳香剂的使用。过敏有时会对儿童将来产生严重影响，如职业选择有所限制。

欧盟（2009/48/EC）玩具安全新指令首次提出禁止玩具中使用 66 种过敏性芳香剂，其中 55 种为禁用(≤ 100 mg/kg)，11 种含量超过 100 mg/kg 时需标识。

本文利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 对玩具产品中的 28 种致敏芳香剂进行分析，分离度、线性关系及重复性好。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra

1.2 色谱条件

色谱柱：Rtx-5 ms 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

进样口温度：300 $^{\circ}$ C

柱温程序：50 $^{\circ}$ C(1min)_10 $^{\circ}$ C/min_300 $^{\circ}$ C(5min)

恒线速度：36.3 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：5:1

进样量：1 μ L

离子源温度：250 $^{\circ}$ C

色谱质谱接口温度：300 $^{\circ}$ C

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式进行定量分析，选择离子见表 1。

2. 样品制备

准确称取粉碎均匀 1.0 g 试样，加入 5 mL 甲醇，超声提取 1 小时，提取液过 0.45 μ m 有机滤膜后上机测试。

3. 结果与讨论

3.1 28 种致敏芳香剂标准溶液色谱图

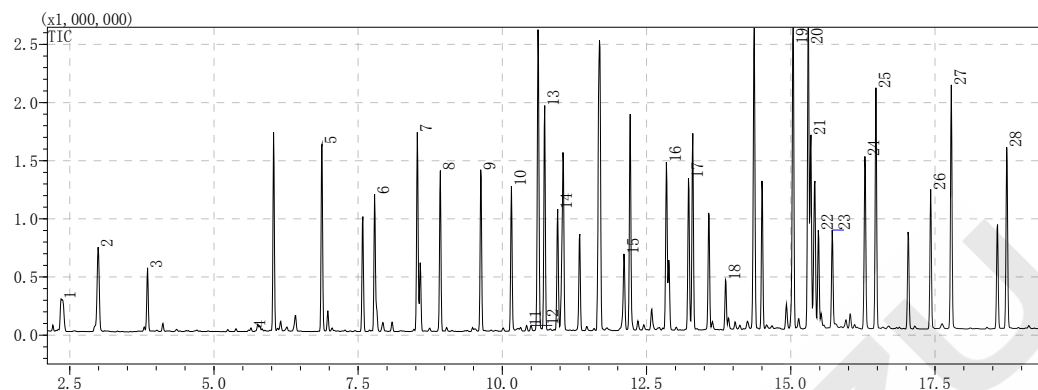


图 1 28 种致敏芳香剂标准溶液色谱图

表 1 28 种致敏芳香剂保留时间及选择离子

No.	化合物名称	保留时间(min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	丙烯酸乙酯	2.354	55	56, 99
2	甲基反式-2-丁烯酸	2.992	69	41, 85
3	5-甲基-2, 3-己二酮	3.849	57	43, 85
4	反式-2-庚烯醛	5.641	55	83, 41
5	苯甲醇	6.871	79	108, 107
6	二甲基柠檬醛	7.784	127	59, 99
7	苯乙腈	8.525	117	90, 116
8	马来酸二乙酯	8.923	99	127, 126
9	四甲氧基苯酚	9.627	124	109, 81
10	香叶醇	10.158	69	41, 68
11	柠檬醛	10.419	69	41, 84
12	亚肉桂基	10.496	131	132, 103
13	4-叔丁基苯酚	10.731	135	107, 150
14	肉桂醇	10.957	92	91-134
15	二氢香豆素	12.109	148	120, 91
16	香豆素	12.842	146	118, 90
17	2, 4-二羟基-甲基苯甲醛	13.227	151	152, 95
18	6, 10-二甲基-3, 5, 9-十一三烯-2-酮	13.87	69	81, 41
19	二苯胺	15.04	169	168, 167
20	甲位戊基桂醛	15.303	129	91, 115
21	4-(对-甲氧基苯基)-3-丁烯-2-酮	15.347	161	133, 176

22	羟基-甲基戊基环己烯基甲醛	15.476	136	93, 79
23	戊基肉桂醇	15.717	133	91, 115
24	7-甲氧基香豆精	16.285	176	133, 148
25	1-(对-甲氧基苯基)-1-戊烯-3-酮	16.474	161	133, 190
26	癸子麝香	17.423	253	91, 268
27	水柳酸苄酯	17.783	91	65, 92
28	7-乙氧基-4-甲基-香豆精	18.743	148	204, 147

3.2 标准曲线

用甲醇配制，浓度分别为 2.0、5.0、10、15、20 mg/L 的 28 种致敏芳香剂混合标准溶液，以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线，部分芳香剂标准曲线如图 2 所示。取浓度为 5.0 mg/L 的致敏芳香剂混合标准连续进样 5 次，计算各组分峰面积的相对标准偏差。以 3 倍信噪比和 10 倍信噪比分别计算 28 种致敏芳香剂检出限及定量限，结果见表 2。

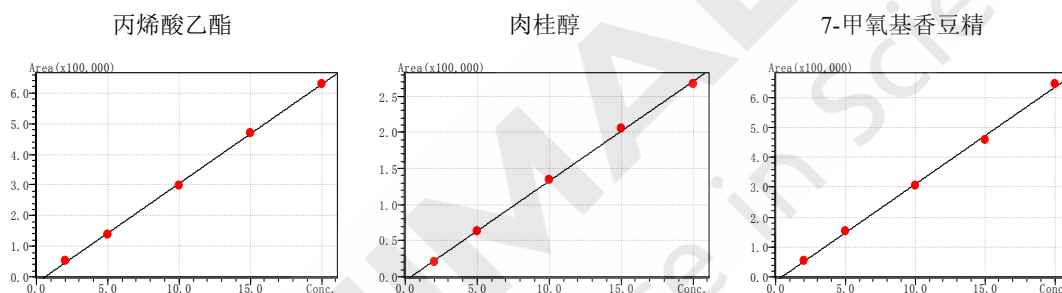


图 2 部分致敏芳香剂标准曲线

表 2 28 种致敏芳香剂标准曲线相关系数、峰面积 RSD、检出限、定量限及回收率结果

No.	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD (% , n=5)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)	回收率 (%)
1	丙烯酸乙酯	0.9997	3.0	0.54	1.79	102.7
2	甲基反式-2-丁烯酸	0.9995	3.4	0.51	1.69	103.0
3	5-甲基-2, 3-己二酮	0.9995	2.0	0.34	1.13	83.0
4	反式-2-庚烯醛	0.9993	4.7	0.55	1.84	111.6
5	苯甲醇	0.9992	3.7	0.29	0.97	104.1
6	二甲基柠檬醛	0.9992	3.5	0.41	1.37	99.4
7	苯乙腈	0.9994	4.0	0.33	1.12	97.6
8	马来酸二乙酯	0.9992	3.2	0.39	1.29	99.6
9	四甲氧基苯酚	0.9992	4.2	0.22	0.75	99.4
10	香叶醇	0.9995	4.1	0.28	0.93	101.1
11	柠檬醛	0.9994	4.2	0.49	1.63	104.2
12	亚肉桂基	0.9995	3.1	0.47	1.57	105.1

13	4-叔丁基苯酚	0.9992	3.6	0.28	0.92	100.6
14	肉桂醇	0.9996	4.0	0.25	0.84	101.3
15	二氢香豆素	0.9997	3.4	0.55	1.84	109.4
16	香豆素	0.9993	4.5	0.18	0.61	94.4
17	2, 4-二羟基-甲基苯甲醛	0.9995	4.8	0.22	0.73	98.6
18	6, 10-二甲基-3, 5, 9-十一三烯-2-酮	0.9995	2.3	0.23	0.76	95.5
19	二苯胺	0.9992	4.6	0.22	0.72	95.8
20	甲位戊基桂醛	0.9991	3.2	0.21	0.69	87.9
21	4-(对-甲氧基苯基)-3-丁烯-2-酮	0.9993	4.2	0.19	0.65	86.4
22	羟基-甲基戊基环己烯基甲醛	0.9994	4.5	0.28	0.92	90.7
23	戊基肉桂醇	0.9992	3.9	0.24	0.80	103.0
24	7-甲氧基香豆精	0.9991	3.7	0.27	0.92	93.3
25	1-(对-甲氧基苯基)-1-戊烯-3-酮	0.9993	4.8	0.24	0.79	86.1
26	癸子麝香	0.9991	3.7	0.28	0.93	93.5
27	水柳酸苄酯	0.9997	4.9	0.57	1.92	98.4
28	7-乙氧基-4-甲基-香豆精	0.9998	3.8	0.37	1.23	95.7

3.3 回收率测试

在空白样品中加入 28 种致敏芳香剂混合标准溶液，添加浓度为 5.0 mg/L，按照上述前处理步骤进行样品前处理，样品加标回收率结果见表 2。

3.4 样品测试

按照前述前处理步骤对玩具产品进行处理，取 1 μ L 进样。该样品色谱图见图 3，该样品中未检测出以上 28 种致敏芳香剂。

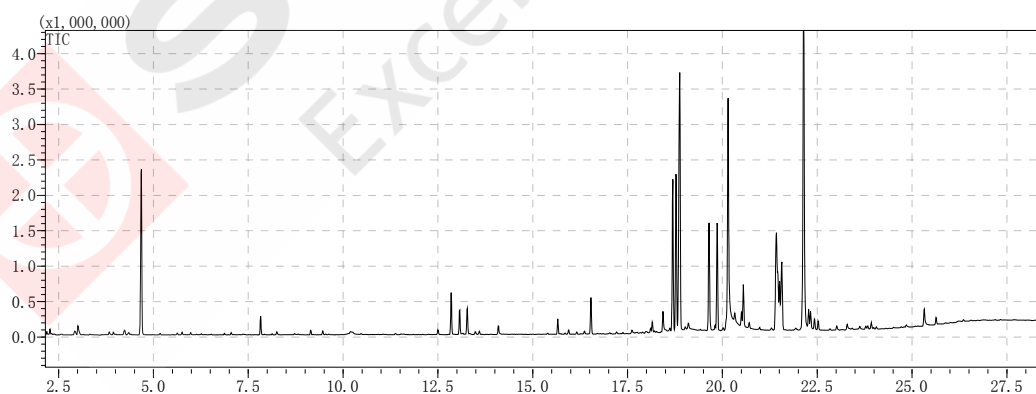


图 3 某玩具产品色谱图

4. 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相质谱联用仪，对玩具产品中的 28 种致敏芳香剂进行了分析，结果线性关系及重复性良好，28 种致敏芳香剂的加标回收率在 80~120%之间，完全满足日常定性定量分析的要求。

气相色谱质谱联用法检测毛绒玩具产品中禁用偶氮芳香胺

摘要: 样品在柠檬酸盐缓冲溶液的介质中用连二亚硫酸钠还原分解,以产生可能存在的禁用芳香胺,经硅藻土柱净化,洗脱、浓缩定容,采用气相色谱质谱联用法进行分析。

关键词: 禁用芳香胺 气相色谱质谱联用法

偶氮染料广泛用于各种产品的着色剂,诸如纺织品、纸张、皮革、食品和化妆品等。研究证明,偶氮染料在环境中能以不同途径还原降解为胺类物质,其中有些苯胺、联苯胺衍生物为众所周知的致癌物或怀疑具有致癌性的物质,对人类健康与环境构成极大的影响与危害。

《禁用有害偶氮染料》规定布制或皮制玩具中芳族胺偶氮染料限量为 0.003%。

本文利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪,对规定禁用的偶氮染料进行分析,结果选择性,重复性且线性关系好,定量准确,完全满足检测的要求。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra

1.2 色谱条件

色谱柱: Rtx-5 ms 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm

进样口温度: 270℃

柱温程序: 60℃(1min)_8℃/min_210℃(12min)_30℃/min_300℃(5min)

恒线速度: 52 cm/sec

进样方式: 不分流进样 (1min)

进样量: 1 μL

离子源温度: 250℃

色谱质谱接口温度: 290℃

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析, SIM 选择离子模式进行定量分析,选择离子见表 1。

表 1 23 种偶氮芳香胺选择离子

序号	化合物名称	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	邻甲苯胺	106	107、79
2	2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺	121	120、106
3	2-甲氧基苯胺	123	108、136
4	对氯苯胺	127	129、65
5	2-甲氧基-5-甲基苯胺	122	137、94
6	4-氯邻甲苯胺	120	141、143
7	2,4-二氨基甲苯	106	121、94
8	2,4-二氨基苯甲醚	122	138、95
9	2,4,5-三氯苯胺	123	197、124
10	2-萘胺	143	115、116

11	5-硝基-邻甲苯胺	152	106、77
12	4-氨基联苯	169	168、141
13	4,4'-二氨基二苯醚	200	171、108
14	联苯胺	184	192、91
15	4,4'-二氨基二苯甲烷	198	106、182
16	邻氨基偶氮甲苯	106	225、134
17	3,3'-二甲基-4, 4'-二氨基二苯甲烷	226	225、120
18	3,3'-二甲基联苯胺	212	106、196
19	4,4'-二氨基二苯硫醚	216	184、80
20	3,3'-二氯联苯胺	252	254、126
21	4,4'-次甲基-双-(2-氯苯胺)	231	266、268
22	3,3'-二甲氧基联苯胺	244	201、229

2. 样品制备

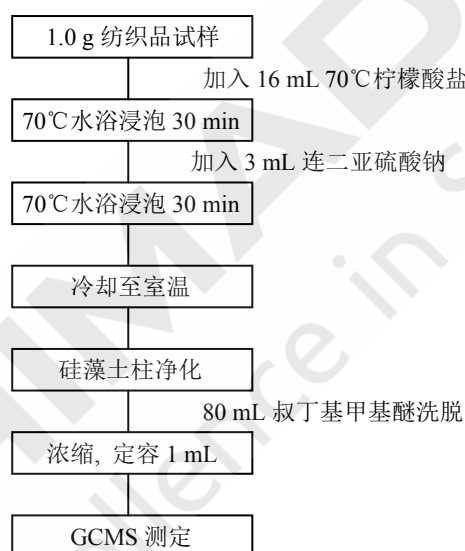


图1 样品制备流程图

3. 结果与讨论

3.1 23种偶氮芳香胺标准品色谱图

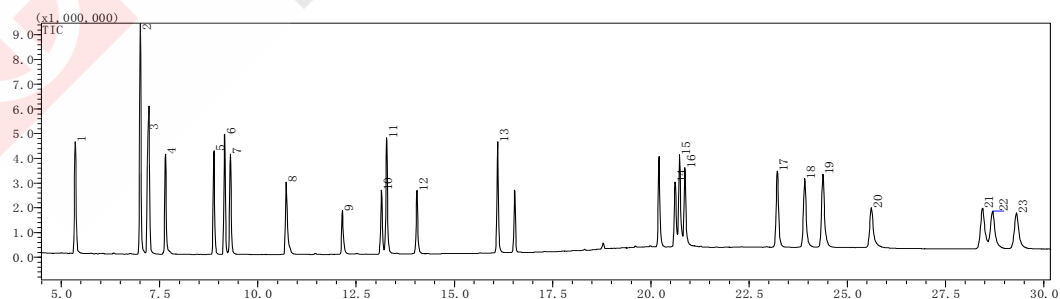


图2 23种偶氮芳香胺标准品色谱图

3.2 标准曲线

23种偶氮芳香胺混合标准溶液用甲醇配制成一标准储备液，依此标准储备液配制出系列浓度分别为0.1、0.5、1.0、5.0、10 mg/L。以SIM方式采集，以浓度作为横坐标，峰面积

作为纵坐标, 绘制标准曲线, 部分偶氮芳香胺化合物标准曲线如图 3 所示。取浓度为 1.0 mg/L 的偶氮芳香胺化合物混合标准溶液, 连续进样 6 次, 进行重复性测试, 计算各组峰面积的相对标准偏差。以 3 倍信噪比和 10 倍信噪比分别计算 23 种偶氮芳香胺化合物检出限及定量限, 结果见表 2。

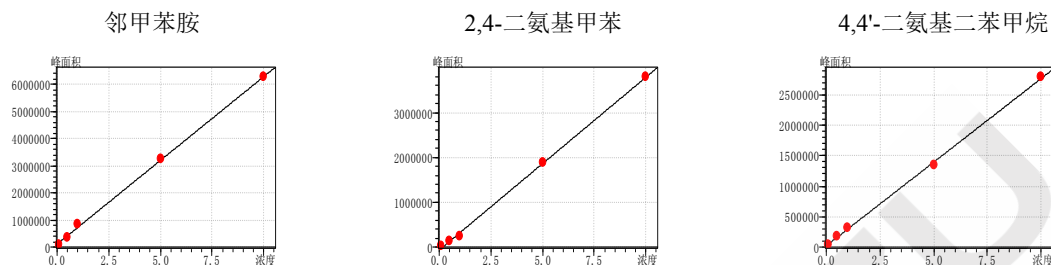


图 3 部分偶氮芳香胺化合物标准曲线

表 2 23 种偶氮芳香胺化合物标准曲线相关系数、峰面积 RSD、检出限、定量限及回收率结果

No.	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD (% , n=5)	检出限 (μg/L)	定量限 (μg/L)	回收率 (% , n=5)
1	邻甲苯胺	0.9994	1.5	0.002	0.007	90.0
2	2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺	0.9999	1.1	0.001	0.004	86.4
3	2-甲氧基苯胺	0.9994	2.4	0.003	0.01	77.4
4	对氯苯胺	0.9985	1.3	0.003	0.01	91.5
5	2-甲氧基-5-甲基苯胺	0.9987	1.1	0.003	0.01	78.2
6	4-氯邻甲苯胺	0.9996	2.6	0.003	0.01	77.3
7	2,4-二氨基甲苯	0.9996	1.5	0.003	0.01	62.9
8	2,4-二氨基苯甲醚	0.9993	3.5	0.003	0.01	63.2
9	2,4,5-三氯苯胺	0.9988	3.2	0.005	0.02	91.3
10	2-萘胺	0.9994	1.4	0.002	0.007	91.7
11	5-硝基-邻甲苯胺	0.9997	3.2	0.005	0.02	81.9
12	4-氨基联苯	0.9992	1.4	0.001	0.004	71.3
13	4,4'-二氨基二苯醚	0.9994	1.3	0.005	0.02	83.0
14	联苯胺	0.9993	1.1	0.002	0.007	85.1
15	4,4'-二氨基二苯甲烷	0.9997	2.6	0.003	0.01	73.3
16	邻氨基偶氮甲苯	0.9999	1.6	0.003	0.01	90.8
17	3,3'-二甲基-4, 4'-二氨基二苯甲烷	0.9994	2.3	0.005	0.02	78.4
18	3,3'-二甲基联苯胺	0.9998	1.5	0.003	0.01	85.7
19	4,4'-二氨基二苯硫醚	0.9991	2.0	0.006	0.02	86.6
20	3,3'-二氯联苯胺	0.9994	3.6	0.006	0.02	87.6
21	4,4'-次甲基-双-(2-氯苯胺)	0.9990	4.4	0.008	0.03	90.0
22	3,3'-二甲氧基联苯胺	0.9999	1.8	0.006	0.02	86.4

3.5 回收率测试

称取三份试样各 1.0 g，将芳香胺混合标准溶液添加于样品中，添加浓度为 1.0 mg/L，按上述方法进行样品前处理，考察方法回收率。回收率测试见表 2，各芳香胺的平均回收率在 62~92%之间，符合国家标准规定的要求。

3.6 样品测试结果

取某品牌毛绒玩具的布料样品按前述前处理处理后测定，得到该样品的色谱图见图 4，该样品未检出以上偶氮芳香胺化合物。

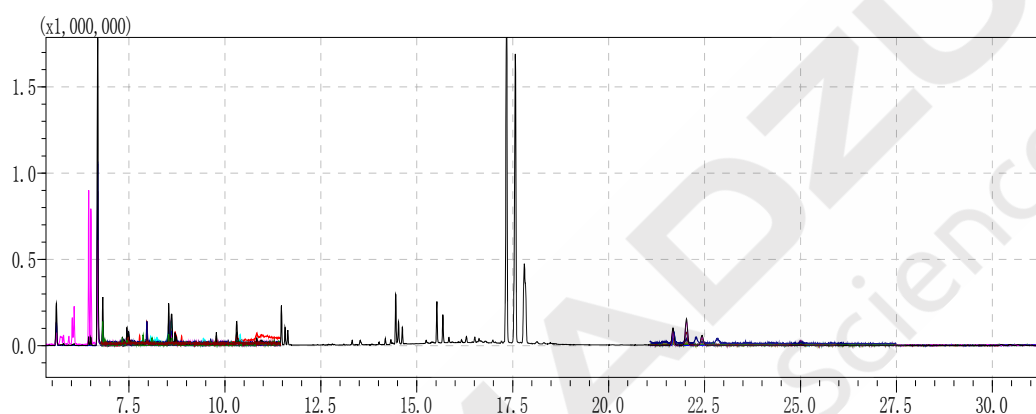


图 4 某品牌毛绒玩具布料样品色谱图

4. 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相质谱联用仪，对毛绒玩具产品中规定禁用的偶氮染料进行分析，结果选择性，重复性且线性关系好，定量准确，完全能满足日常检测的要求。

玩具材料中重金属迁移量测定

摘要: 玩具材料样品经0.07 mol/L盐酸溶液避光萃取后, 用电感耦合等离子体发射光谱仪在相应分析波长下对萃取液中砷、镉、铅等17种重金属元素进行定量分析, 结果表明, 仪器线性关系及重复性良好, 定量准确, 完全满足日常分析的要求。

关键词: 玩具材料 电感耦合等离子体发射光谱仪

有些玩具为了显得有档次而在其表面用金属材料, 事实上这对儿童的危害是相当大的。金属材料中会含有砷、镉等活性金属, 儿童喜欢舔、咬玩具, 如果这些元素含量超标, 长期下来就会对儿童造成伤害。专家指出, 砷进入肌体后易与氧化酶结合, 造成营养不良, 易冲动, 也可引起胃溃疡、指甲断裂, 脱发; 镉进入人体后很不容易排出, 慢性中毒可造成贫血、心血管疾病和骨质软化; 汞会对人体的脑组织有一定危害, 严重的则会危及造血及肝肾功能。

欧盟玩具安全新指令 2009/48/EC 已实施, 该指令将特定重金属的限制也由 8 种增加为 19 种, 并对各种材料中重金属迁移量作了明确的规定。

本文对玩具材料样品经 0.07 mol/L 盐酸溶液避光萃取后, 利用岛津公司的 ICPE-9000 对萃取液中 17 种元素迁移量进行分析, 结果表明, 仪器线性关系及重复性好, 测定快速, 灵敏度高, 完全满足日常检验的要求。

1. 实验部分

1.1 仪器及设备

岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 配超声波雾化器、氢化物发生器附件
恒温水浴振荡器

本试验的仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

2. 样品制备

样品按照标准要求粉碎, 称取约 0.3 g, 加入 0.07 mol/L 盐酸在 37℃ 中避光往返震荡 (120 次/分) 1 小时, 静置 1 小时后, 过滤, ICP-OES 进行测试。

3. 结果与讨论

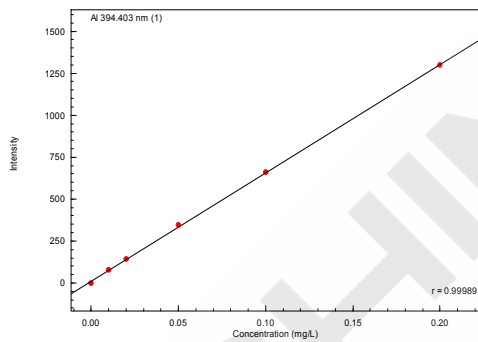
3.1 标准曲线

配制 17 种金属元素标准系列浓度如表 2 所示, 通过 ICP 分析, 得到各元素标准工作曲线见图 1。

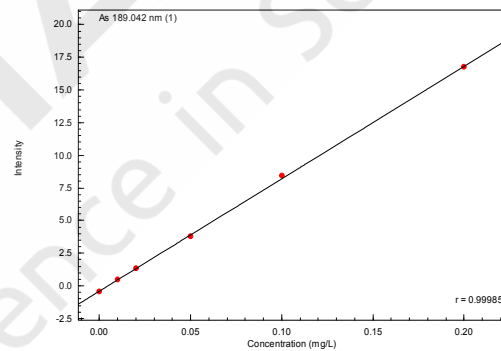
表 2 各元素分析波长与标准溶液浓度

元素	分析波长 (nm)	标准溶液浓度 (mg/L)				
Al	394.403	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20

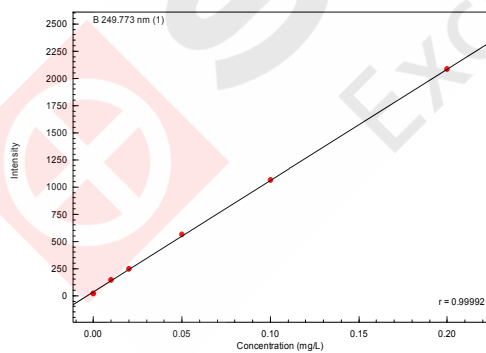
As	189.042	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
B	249.773	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Cu	213.598	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Pb	220.353	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Sb	231.147	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Se	196.090	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Sn	189.989	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Zn	202.548	0.01	0.02	0.05	0.10	0.20
Ba	230.424	0.005	0.01	0.02	0.05	0.10
Ni	221.647	0.005	0.01	0.02	0.05	0.10
Co	228.616	0.005	0.01	0.02	0.05	0.10
Sr	216.596	0.005	0.01	0.02	0.05	0.10
Cd	226.502	0.001	0.005	0.01	0.02	0.05
Cr	205.552	0.001	0.005	0.01	0.02	0.05
Mn	257.610	0.001	0.005	0.01	0.02	0.05
Hg	184.950	0	0.01	0.04	0.08	



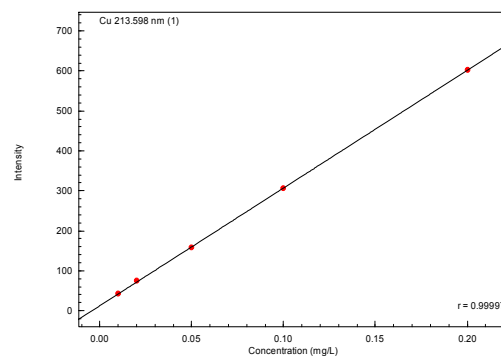
Al (R=0.99989)



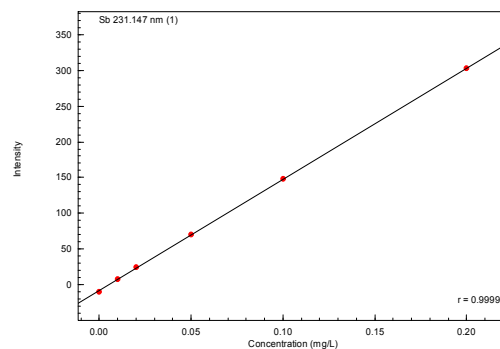
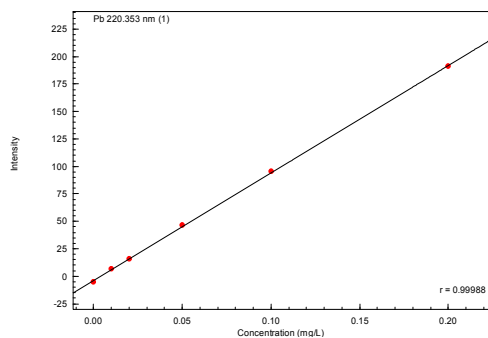
As (R=0.99985)



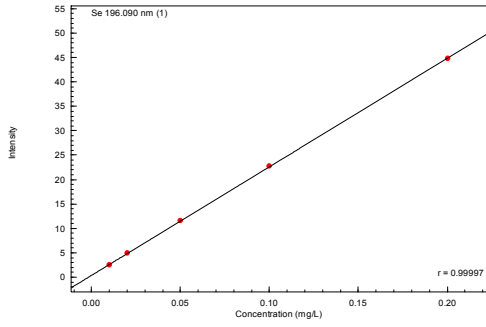
B (R=0.99992)



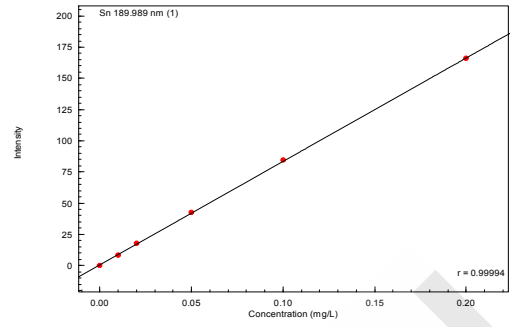
Cu (R=0.99997)



Pb(R=0.99988)

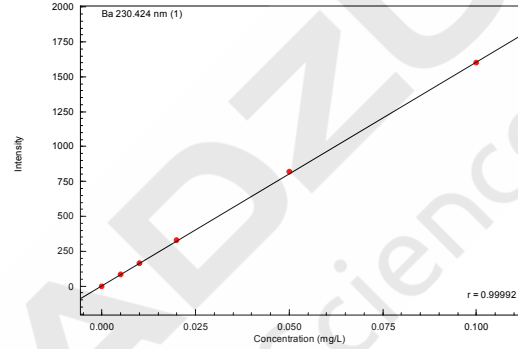
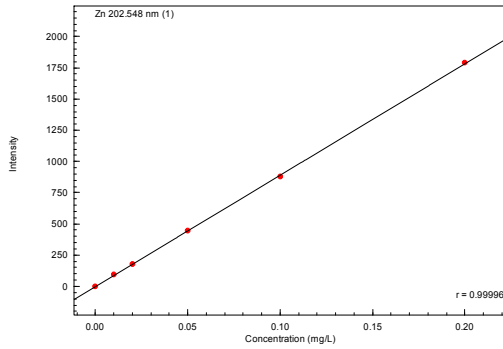


Sb (R=0.99996)



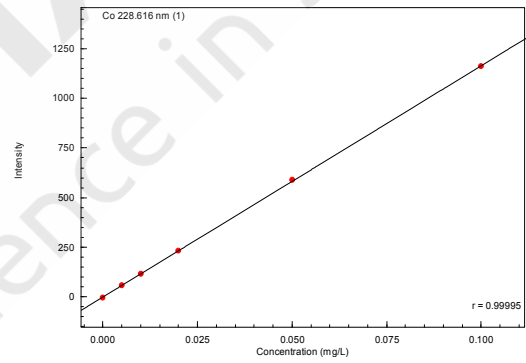
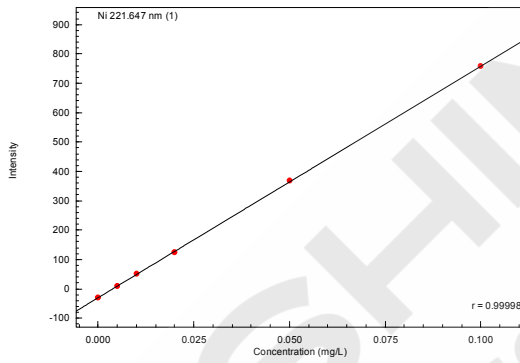
Se (R=0.99997)

Sn (R=0.99994)



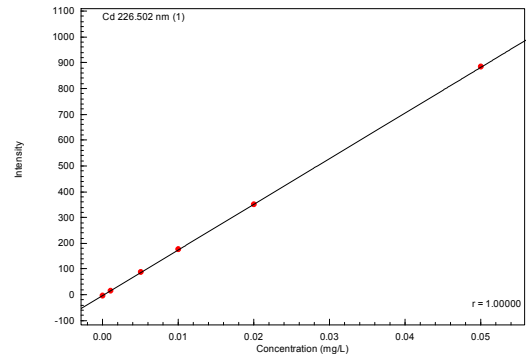
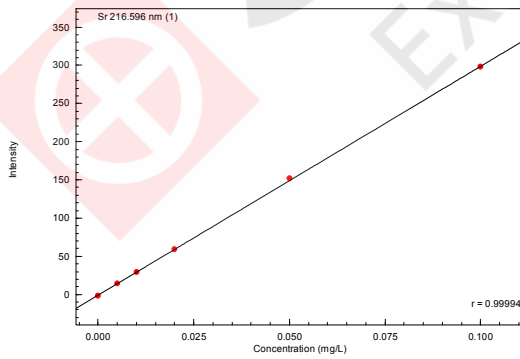
Zn (R=0.99996)

Ba (R=0.99992)



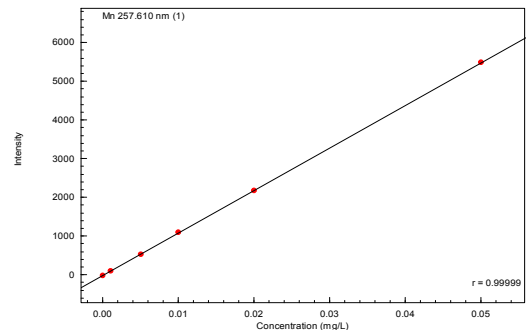
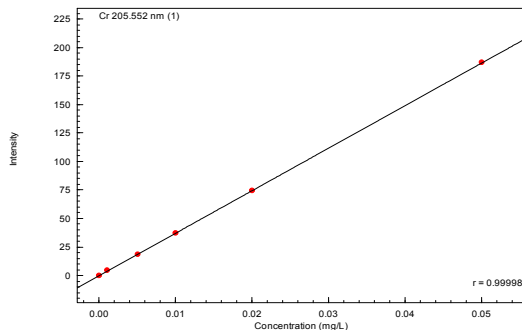
Ni (R=0.99998)

Co (R=0.99995)



Sr(R=0.99994)

Cd(R=1.0000)



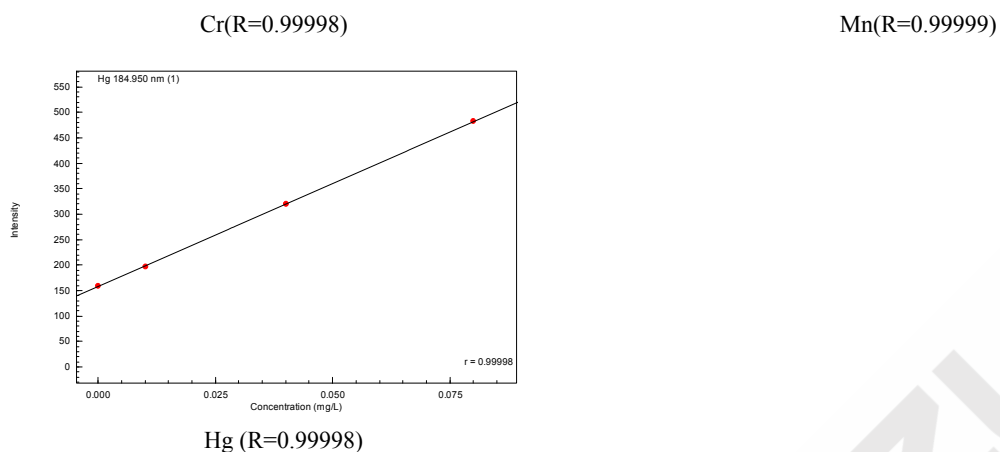


图 1 17 种元素标准曲线

3.2 仪器精密度测定

取 0.1 mg/L 标准溶液，重复 7 次读取溶液中各元素的浓度，结果见表 3。

表 3 各元素的精密度

Trial	Al	Sb	As	Ba	B	Cd	Cr	Co	Cu
Spike concentration	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
1	0.0913	0.0945	0.0990	0.0955	0.0979	0.0919	0.0946	0.0941	0.0944
2	0.0895	0.0995	0.0991	0.0941	0.0975	0.0921	0.0946	0.0940	0.109
3	0.0966	0.0939	0.0981	0.0948	0.0977	0.0919	0.0944	0.0938	0.104
4	0.0911	0.0959	0.0995	0.0955	0.0979	0.0920	0.0945	0.0940	0.102
5	0.0894	0.0996	0.0939	0.0955	0.0975	0.0921	0.0949	0.0942	0.095
6	0.0968	0.0943	0.0969	0.0951	0.0987	0.0929	0.0941	0.0940	0.105
7	0.0913	0.0955	0.0995	0.0947	0.0979	0.0922	0.0945	0.0936	0.104
RSD (%)	3.38	2.50	2.07	0.56	0.42	0.38	0.26	0.21	5.26

Trial	Pb	Mn	Hg	Ni	Se	Sr	Sn	Zn
Spike concentration	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
1	0.0947	0.0964	0.0972	0.0950	0.0964	0.0943	0.0962	0.0942
2	0.0923	0.0961	0.0974	0.0946	0.101	0.0950	0.0961	0.0946
3	0.0924	0.0960	0.0968	0.0944	0.100	0.0937	0.0939	0.0942
4	0.0931	0.0968	0.0971	0.0947	0.0993	0.0943	0.0954	0.0944
5	0.0948	0.0961	0.0975	0.0957	0.102	0.0949	0.0962	0.0948

6	0.0947	0.0957	0.0968	0.0946	0.103	0.0952	0.0949	0.0945
7	0.0923	0.0966	0.0978	0.0942	0.0996	0.0938	0.0959	0.0943
RSD (%)	1.30	0.39	0.38	0.52	2.13	0.63	0.90	0.23

3.3 仪器检出限

对空白样品进行 10 次测定，取 3 倍的标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 4。

表 4 各元素检出限

元素名称	Al	As	B	Cu	Pb	Sb	Se	Sn	Zn
检出限 (mg/L)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.005	0.01	0.01	0.01
元素名称	Ba	Ni	Co	Sr	Cd	Cr	Mn	Hg	
检出限 (mg/L)	0.001	0.005	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.01	

3.4 样品测试及回收率

按实验方法对样品进行分析，分析结果见表 5，并进行了加标回收率实验，其结果见表 6。

表 5 样品分析结果

元素	测定值(mg/L)	RSD(%)
Al	0.874	1.94
As	0.0166	5.52
B	2.18	3.58
Cu	N.D	-
Pb	0.0731	5.22
Sb	0.0317	0.45
Se	0.0238	2.08
Sn	N.D	-
Zn	0.102	6.14
Ba	0.0352	3.42
Ni	N.D	-
Co	N.D	-
Sr	N.D	-
Cd	N.D	-
Cr	N.D	-
Mn	N.D	-
Hg	N.D	-

注：N.D 为未检出

表 6 样品回收试验结果

元素	加标前(mg/L)	加标量(mg/L)	加标后(mg/L)	回收率(%)
Al	0.874	0.05	0.922	96.0
As	0.0166	0.01	0.0256	90.0
B	2.18	0.02	2.198	90.0
Cu	N.D	0.02	0.0204	102.0
Pb	0.0731	0.02	0.0913	91.0
Sb	0.0317	0.02	0.0508	95.5
Se	0.0238	0.05	0.070	92.4
Sn	N.D	0.05	0.0513	102.6
Zn	0.102	0.02	0.121	95.0
Ba	0.0352	0.05	0.0861	101.8
Ni	N.D	0.01	0.0199	99.0
Co	N.D	0.01	0.0193	93.0
Sr	N.D	0.02	0.0383	91.5
Cd	N.D	0.005	0.0102	104.0
Cr	N.D	0.01	0.0195	95.0
Mn	N.D	0.01	0.0196	96.0
Hg	N.D	0.02	0.0387	93.5

4. 结论

采用岛津公司电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 与超声波雾化器、氢化物发生器附件联用，对玩具材料中 17 种重金属元素迁移量进行了分析，结果表明，仪器线性关系及重复性良好，定量准确，完全满足日常定量分析的要求。



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

⊕ 岛津企业管理 (中国) 有限公司 / 岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京

北京市朝阳区朝外大街 16 号中国人寿大厦 14F
 邮政编码: 100020
 电话: (010) 8525-2310/2312
 传真: (010) 8525-2326/2329

上海

上海市淮海西路 570 号红坊 E 楼
 邮政编码: 200052
 电话: (021) 2201-3888
 传真: (021) 2201-3555

沈阳

辽宁省沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层
 邮政编码: 110001
 电话: (024) 2383-6735
 传真: (024) 2383-6378

四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞创意成都B座12层
 邮政编码: 610015
 电话: (028) 8619-8421/8422
 传真: (028) 8619-8420

武汉

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦1座41层4116室
 邮政编码: 430022
 电话: (027) 8555-7910
 传真: (027) 8555-7920

广州

广州市流花路109号之9达宝广场7楼
 邮政编码: 510010
 电话: (020) 8710-8603
 传真: (020) 8710-8698

西安

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
 邮政编码: 710065
 电话: (029) 8838-6016
 传真: (029) 8838-6497

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
 邮政编码: 830000
 电话: (0991) 230-6271/6272
 传真: (0991) 230-6273

昆明

昆明市青年路 432 号天恒大酒店 908 室
 邮政编码: 650021
 电话: (0871) 315-2987
 传真: (0871) 315-2991

南京

南京市中山南路 49 号商茂世纪广场 23 层 A1 座
 邮政编码: 210005
 电话: (025) 8689-0278
 传真: (025) 8689-0237

重庆

重庆市渝中区青年路 38 号重庆国贸中心 1702 室
 邮政编码: 400010
 电话: (023) 6380-6057/6058
 传真: (023) 6380-6551

深圳

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号
 邮政编码: 518040
 电话: (0755) 8340-2852
 传真: (0755) 8389-3100

河南

郑州市郑东新区金水东路21号永和广场A区14层1405、1406室
 邮政编码: 450046
 电话: (0371) 8663-2981/2983
 传真: (0371) 8663-2982

香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City.
 Tsim Sha tsui, Kowloon, Hong-Kong
 电话: (00852) 2375-4979
 传真: (00852) 2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439
 400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准
 样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知