



中华人民共和国国家标准

GB/T 40971—2021

家具产品及其材料中禁限用物质测定方法 多环芳烃

Methods for the determination of prohibited substance in furniture products and
related materials—Polycyclic aromatic hydrocarbons

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国家具标准化技术委员会(SAC/TC 480)归口。

本文件起草单位：广东产品质量监督检验研究院、广州市仪美医用家具科技股份有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、浙江省轻工业品质量检验研究院、安吉德卡办公系统有限公司、厦门明红堂工艺品有限公司、浙江美生智能家居有限公司、漳州爱学习儿童用品有限公司、睢宁县沙集镇电子商务协会。

本文件主要起草人：胡鹏飞、海凌超、林小荣、温福泉、李勇、石钰婷、王一薇、孟振林、黄灿、屠春生、林建华、冯保生。

家具产品及其材料中禁限用物质测定方法

多环芳烃

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了家具产品及其材料中的 18 种多环芳烃的气相色谱-质谱测定方法。
本文件适用于家具产品及其材料中 18 种多环芳烃的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbons; PAHs

由两个或两个以上苯环稠合在一起的一系列烃类化合物及其衍生物,环上也可有短的烷基或环烷基取代基。

注: 18 种多环芳烃见附录 A 的表 A.1。

4 原理

试样用甲苯进行超声波提取,经硅胶固相萃取柱净化后,浓缩、定容,用气相色谱-质谱法(GC-MS)测定,采用选择离子监测模式,外标法定量。

5 试剂或材料

- 5.1 正己烷:色谱纯。
- 5.2 石油醚:色谱纯。
- 5.3 甲苯:色谱纯。
- 5.4 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 5.5 氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.6 18 种多环芳烃标准物质:纯度 $\geq 98\%$;或有证的已知浓度的 18 种混合标准溶液。
- 5.7 18 种多环芳烃混合标准工作溶液:至少 5 点校准点,能够覆盖浓度范围从 0.2 mg/kg~10 mg/kg 的样品。即标准溶液的范围为 10 ng/mL~500 ng/mL。多环芳烃混合标准工作溶液在 0℃~4℃避光密闭保存。
- 5.8 硅胶固相萃取柱:2 g/10 mL 或相当者,使用前用正己烷浸润。

5.9 离心管。

5.10 样品瓶:约 50 mL,具有可密封的瓶盖。

5.11 滤膜:有机相针筒滤膜,孔径 0.45 μm 。

6 仪器设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS),配有 EI 源。

6.2 超声波发生器:配有控温器,在不放入筐时每单位水浴面积功率至少达到 0.28 W/cm²。

6.3 粉碎设备:粉碎机、剪刀、不锈钢刀片等。

6.4 分析天平:精度 0.1 mg(量程:不少于 100g)。

6.5 离心机:转速 3 000 r/min~10 000 r/min,运行时腔体温度不超过 40 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 氮吹仪。

7 样品

7.1 取样

从家具产品及其材料上分别裁取皮革(包括天然皮革、再生皮革、人造皮革)、纤维织物、塑料和橡胶材料,如果样品上粘有其他附着物,应使用物理方法去除,每种材料单独进行检测。

每种样品裁取质量应不小于 10 g,不足 10 g 的不予检测。

从家具产品及其材料上分别刮取涂层、油墨材料,刮取质量应大于 0.5 g,不同颜色的涂层、油墨分别刮取后进行单独检测,若样品质量在 0.1 g~0.5 g 之间,仍进行检测,但甲苯的体积按相应比例(甲苯体积:样品质量=1 mL:50 mg)进行调整,若样品质量小于 0.1 g,则不予检测。

7.2 试样制备

样品制备过程不应改变样品材料的化学属性。

使用合适的粉碎设备将实验室样品粉碎或剪碎制成尺寸不超过 5 mm×5 mm 的均匀碎片。

8 试验步骤

8.1 平行试验

平行做两份试验。

8.2 萃取

准确称取 0.5 g 样品,精确至 0.1 mg,放入样品瓶(5.10)内,加入 10 mL 甲苯(5.3)溶液,密闭,将试样充分浸润后,置于无框的超声波发生器(6.2)中,将样品悬挂放置,在(60±5) $^{\circ}\text{C}$ 的条件下,超声萃取 60 min。萃取完成后,取出样品瓶,冷却至室温并稍加摇匀,将萃取液转移至离心管(5.9)中,并置于离心机(6.5)中离心分离(如果超声萃取后的溶液能静置分层,可不用离心分离)。上层清液待净化处理。

8.3 净化

可有选择地对有干扰类物质的样品进行净化。净化前,用 5 mL 正己烷(5.1)洗涤硅胶固相萃取柱(5.8),使之保持润湿,取 2 mL 萃取(8.2)后的上层清液转移至硅胶固相萃取柱(5.8)中,加入 5 mL 正己烷(5.1)洗脱,控制流速为 0.5 滴/s,弃掉以上过柱液,然后用 10 mL 石油醚(5.2)进行洗脱,收集石油醚

洗脱液,向收集的石油醚洗脱液中加入 1 mL 甲苯(5.3),用氮吹仪(6.6)缓慢吹至约 1 mL,最后用甲苯(5.3)定容到 2 mL。

8.4 过滤

定容后的液体用有机微孔滤膜(5.11)过滤,用气相色谱-质谱联用仪(6.1)分析。

8.5 测定

8.5.1 气相色谱-质谱参考条件

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

- a) 色谱柱:DB-EUPAH 或相当者,20 m(柱长)×0.18 mm(内径)×0.14 μm(膜厚);
- b) 进样口温度:290 °C;
- c) 色谱柱升温程序:柱温从 50 °C,保持 1 min,以 20 °C/min 的速度升温至 200 °C,保持 0.5 min,再以 8 °C/min 的速度升温至 310 °C,保持 5 min;
- d) 传输器接口温度 280 °C;
- e) 离子源温度 230 °C,电离方式 EI,电离能 70 eV;
- f) 四级杆温度:150 °C;
- g) 测定方式:选择离子监测(SIM);
- h) 进样方式:不分流进样;
- i) 载气为氦气,纯度≥99.999%,载气流速 1.0 mL/min;
- j) 进样量 1 μL;
- k) 溶剂延迟 4.0 min。

8.5.2 气相色谱-质谱定性及定量分析

按 8.5.1 分析条件对 18 种多环芳烃混合标准工作溶液(5.7)和过滤(8.4)后的溶液进行测定。对定量离子(见附录 A)进行峰面积积分,以峰面积为纵坐标,相应标准溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线,其相关系数应≥0.995,采用外标法定量。如果待测液中的色谱峰保留时间与标准工作溶液(5.7)相近,且待测液中目标化合物的选择离子(见附录 A)种类及其丰度比与标准工作溶液的一致,则可判定待测液中存在目标化合物。18 种多环芳烃典型气相色谱-质谱选择离子色谱图见附录 B。

8.5.3 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行空白试验。

9 试验数据处理

9.1 多环芳烃含量的计算

试样中每种多环芳烃的含量按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times F}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i ——试样中每种多环芳烃的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

- ρ ——试样的每种多环芳烃的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
 ρ_0 ——空白试样的每种多环芳烃的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
 V ——试液的定容体积,单位为毫升(mL);
 m ——试样的样品质量,单位为克(g);
 F ——试验溶液的稀释因子(溶液稀释倍数)。

计算两次平行试验测试结果的平均值,以平均值报出结果,结果保留至小数点后一位。两次平行试验测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

9.2 多环芳烃总量的计算

试样中多环芳烃总量以每种多环芳烃含量的总和计算,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(2)计算:

$$w_e = \sum_{i=1}^n w_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_e ——试样中多环芳烃的总量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 w_i ——试样中每种多环芳烃的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

9.3 检出限

本文件对每种多环芳烃的检出限为 0.1 mg/kg。

9.4 回收率

本文件 18 种多环芳烃在检出限以上的回收率为 80%~120%。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,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独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

10.2 再现性

在不同的实验室,由不同的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测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

附 录 A
(资料性)

18 中多环芳烃的分子式、CAS 编号和特征碎片离子

18 种多环芳烃的分子式、CAS 编号和特征碎片离子见表 A.1。

表 A.1 18 种多环芳烃的分子式、相对分子质量和特征碎片离子

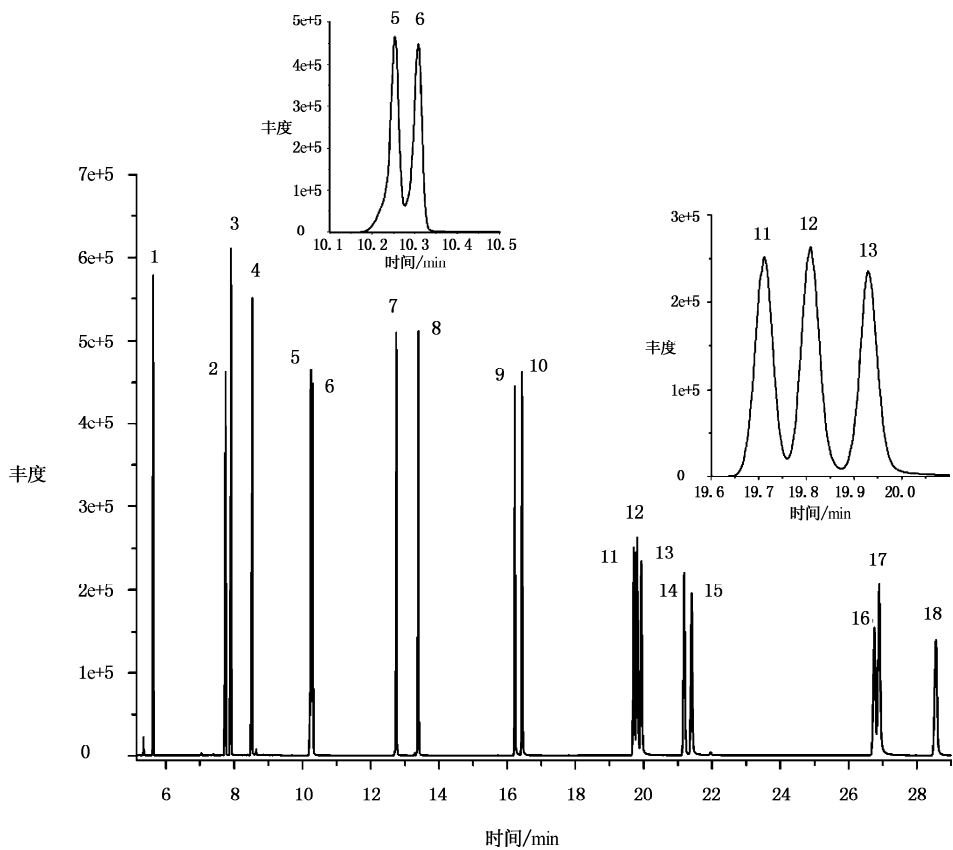
序号	化合物名称	英文名称	分子式	CAS 编号	特征碎片离子 m/z	
					定性离子	定量离子
1	萘	Naphthalene	C ₁₀ H ₈	91-20-3	128,129,127	128
2	苊烯	Acenaphthylene	C ₁₂ H ₈	208-96-8	152,151,153	152
3	苊	Acenaphthene	C ₁₂ H ₁₀	83-32-9	154,153,152	153
4	芴	Fluorene	C ₁₃ H ₁₀	86-73-7	166,165,167	166
5	菲	Phenanthrene	C ₁₄ H ₁₀	85-01-8	178,179,176	178
6	蒽	Anthracene	C ₁₄ H ₁₀	120-12-7	178,176,179	178
7	荧蒽	Fluoranthene	C ₁₆ H ₁₀	206-44-0	202,101,203	202
8	芘	Pyrene	C ₁₆ H ₁₀	129-00-0	202,101,203	202
9	苯并[a]蒽	Benzo[a]anthracene	C ₁₈ H ₁₂	56-55-3	228,229,226	228
10	屈	Chrysene	C ₁₈ H ₁₂	218-01-9	228,226,229	228
11	苯并[b]荧蒽	Benzo[b]fluoranthene	C ₂₀ H ₁₂	205-99-2	126,253,252	252
12	苯并[k]荧蒽	Benzo[k]fluoranthene	C ₂₀ H ₁₂	207-08-9	126,253,252	252
13	苯并[j]荧蒽	Benzo[j]fluoranthene	C ₂₀ H ₁₂	205-82-3	126,253,252	252
14	苯并[e]芘	Benzo[e]pyrene	C ₂₀ H ₁₂	192-97-2	126,253,252	252
15	苯并[a]芘	Benzo[a]pyrene	C ₂₀ H ₁₂	50-32-8	126,253,252	252
16	茚并[1,2,3-cd]芘	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	C ₂₂ H ₁₂	193-39-5	138,277,276	276
17	二苯并[a,h]蒽	Dibenzo[a,h]anthracene	C ₂₂ H ₁₄	53-70-3	139,279,278	278
18	苯并[g,h,i]芘	Benzo[g,h,i]perylene	C ₂₂ H ₁₂	191-24-2	138,277,276	276



附 录 B
(资料性)

18 种多环芳烃典型气相色谱-质谱选择离子色谱图

18 种多环芳烃典型气相色谱-质谱选择离子色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

- | | |
|------------|--------------------|
| 1——萘； | 10——屈； |
| 2——芴烯； | 11——苯并[b]荧蒹； |
| 3——芘； | 12——苯并[k]荧蒹； |
| 4——芴； | 13——苯并[j]荧蒹； |
| 5——菲； | 14——苯并[e]芘； |
| 6——蒽； | 15——苯并[a]芘； |
| 7——荧蒹； | 16——茚并[1,2,3-cd]芘； |
| 8——芘； | 17——二苯并[a,h]蒽； |
| 9——苯并[a]蒽； | 18——苯并[g,h,i]芘。 |

图 B.1 18 种多环芳烃典型气相色谱-质谱选择离子色谱图