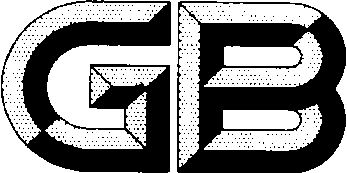
ICS 13.020.01；43.040.10

L10



中华人民共和国国家标准

GB/T 39560.303—XXXX/IEC 62321-3-3:2021

|  |
| --- |
|  |

电子电气产品中某些物质的测定 第3-3部分：配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法 (Py/TD-GC-MS)筛选聚合物中的多溴联苯、多溴二苯醚和邻苯二甲酸酯

Determination of certain substances in electrotechnical and electronic products—Part 3-3：Screening—Polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers and phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyser/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)

[IEC 62321-3-3：2021，Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 3-3：Screening—Polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers and phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyser/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS), IDT]

（征求意见稿）

（草案）

|  |
| --- |
|  |
| （本稿完成日期：2017年10月31日） |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

发布

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

目次

[前言 Ⅲ](#_Toc31844_WPSOffice_Level1)

[引言 Ⅳ](#_Toc32440_WPSOffice_Level1)

[1 范围](#_Toc3230_WPSOffice_Level1) [1](#_Toc3230_WPSOffice_Level1)

[2 规范性引用文件](#_Toc29389_WPSOffice_Level1) [1](#_Toc29389_WPSOffice_Level1)

[3 术语、定义与缩略语](#_Toc9201_WPSOffice_Level1) [1](#_Toc9201_WPSOffice_Level1)

[3.1 术语和定义](#_Toc32440_WPSOffice_Level2) [1](#_Toc32440_WPSOffice_Level2)

[3.2 缩略语](#_Toc23405_WPSOffice_Level2) [3](#_Toc23405_WPSOffice_Level2)

[4 原理](#_Toc12961_WPSOffice_Level1) [4](#_Toc12961_WPSOffice_Level1)

[4.1 概述](#_Toc3230_WPSOffice_Level2) [4](#_Toc3230_WPSOffice_Level2)

[4.2 检测原理](#_Toc29389_WPSOffice_Level2) [4](#_Toc29389_WPSOffice_Level2)

[5 试剂与材料](#_Toc30894_WPSOffice_Level1) [5](#_Toc30894_WPSOffice_Level1)

[6 装置](#_Toc1756_WPSOffice_Level1) [5](#_Toc1756_WPSOffice_Level1)

[7 取样](#_Toc22335_WPSOffice_Level1) [5](#_Toc22335_WPSOffice_Level1)

[8 程序](#_Toc24960_WPSOffice_Level1) [6](#_Toc24960_WPSOffice_Level1)

[8.1 分析的总体说明](#_Toc12961_WPSOffice_Level2) [6](#_Toc12961_WPSOffice_Level2)

[8.2 样品制备](#_Toc30894_WPSOffice_Level2) [6](#_Toc30894_WPSOffice_Level2)

[8.3 仪器参数](#_Toc1756_WPSOffice_Level2) [6](#_Toc1756_WPSOffice_Level2)

[8.4 校准](#_Toc22335_WPSOffice_Level2) [8](#_Toc22335_WPSOffice_Level2)

[9 计算多溴联苯、多溴二苯醚和邻苯二甲酸酯的浓度](#_Toc19443_WPSOffice_Level1) [9](#_Toc19443_WPSOffice_Level1)

[9.1 总述](#_Toc19443_WPSOffice_Level2) [9](#_Toc19443_WPSOffice_Level2)

[9.2 测定DEHP的RF](#_Toc16036_WPSOffice_Level2) [9](#_Toc16036_WPSOffice_Level2)

[9.3 计算](#_Toc10085_WPSOffice_Level2) [10](#_Toc10085_WPSOffice_Level2)

[10 精密度](#_Toc16036_WPSOffice_Level1) [10](#_Toc16036_WPSOffice_Level1)

[10.1 阙值和判断 10](#_Toc26066_WPSOffice_Level2)

[10.2 重复性和再现性 12](#_Toc20201_WPSOffice_Level2)

[11 质量保证与控制](#_Toc10085_WPSOffice_Level1) [16](#_Toc10085_WPSOffice_Level1)

[11.1 总述](#_Toc26066_WPSOffice_Level2) [16](#_Toc26066_WPSOffice_Level2)

[11.2 质量控制](#_Toc20201_WPSOffice_Level2) [16](#_Toc20201_WPSOffice_Level2)

[11.3 方法检出限（MDL）和定量限（LOQ）](#_Toc15164_WPSOffice_Level2) [17](#_Toc15164_WPSOffice_Level2)

[12 测试报告](#_Toc26066_WPSOffice_Level1) [18](#_Toc26066_WPSOffice_Level1)

[附录A （资料性） 筛选与验证试验方法流程图](#_Toc20201_WPSOffice_Level1) [19](#_Toc20201_WPSOffice_Level1)

[附录B （资料性） Py/TD-GC-MS仪器原理](#_Toc15164_WPSOffice_Level1) [21](#_Toc15164_WPSOffice_Level1)

[附录C （资料性） 其他试验方法](#_Toc366_WPSOffice_Level1) [22](#_Toc366_WPSOffice_Level1)

[附录D （资料性） 市售标准溶液和物质](#_Toc18317_WPSOffice_Level1) [23](#_Toc18317_WPSOffice_Level1)

[附录E （资料性） 取样程序](#_Toc15486_WPSOffice_Level1) [26](#_Toc15486_WPSOffice_Level1)

[附录F （资料性） EGA热脱附区验证](#_Toc4973_WPSOffice_Level1) [27](#_Toc4973_WPSOffice_Level1)

[附录G （资料性） 色谱图示例](#_Toc2633_WPSOffice_Level1) [29](#_Toc2633_WPSOffice_Level1)

[附录H （资料性） RRF示例](#_Toc7147_WPSOffice_Level1) [30](#_Toc7147_WPSOffice_Level1)

[附录I （资料性） 样品分析序列](#_Toc2257_WPSOffice_Level1) [31](#_Toc2257_WPSOffice_Level1)

[附录J （资料性） 国际实验室间研究303的结果](#_Toc3945_WPSOffice_Level1) [32](#_Toc3945_WPSOffice_Level1)

[参考文献](#_Toc15287_WPSOffice_Level1) [36](#_Toc15287_WPSOffice_Level1)

前 言

本系列标准GB/T 39560《电子电气产品中某些物质的测定》目前分为以下几个部分：

1. 第1部分：介绍和概述；
2. 第2部分：拆解，拆分和机械制样；
3. 第3-1部分: X射线荧光光谱法筛选铅、汞、镉、总铬和总溴；
4. 第3-2部分：燃烧-离子色谱法（C-IC）筛选聚合物和电子件中的氟、溴和氯；
5. 第3-3部分：配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法 (Py/TD-GC-MS)筛选聚合物中的多溴联苯、多溴二苯醚和邻苯二甲酸酯；
6. 第4部分：CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES和ICP-MS测定聚合物、金属和电子件中的汞；
7. 第5部分：AAS、AFS、ICP-OES和ICP-MS测定聚合物和电子件中的镉、铅和铬与金属中的镉和铅；
8. 第6部分：气相色谱-质谱法（GC-MS）测定聚合物中的多溴联苯和多溴二苯醚；
9. 第7-1部分：六价铬-比色法测定金属上无色和有色防腐镀层中的六价铬（Cr（VI））；
10. 第7-2部分：六价铬-比色法测定聚合物和电子件中的中六价铬（Cr（VI））；
11. 第8部分：气相色谱-质谱法（GC-MS）与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法 （Py/TD-GC-MS）测定聚合物中的邻苯二甲酸酯。
12. 第9部分：气相色谱-质谱法 (GC-MS)测定聚合物中的六溴环十二烷；
13. 第10部分：气相色谱-质谱法 (GC-MS)测定聚合物和电子件中的多环芳烃（PAHs）。

本文件为GB/T 39560的第3-3部分。

本文件按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本文件使用翻译法等同采用IEC 62321-3-3：2021 《电工电子产品中某些物质的测定 第3-3部分： 配有热裂解热脱附的气相色谱-质谱法 (Py/TD-GC-MS)筛选聚合物中的多溴联苯、多溴二苯醚和邻苯二甲酸酯》[Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 3-3：Screening—Polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers and phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyser/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)]。

本文件做了下列编辑性修改：

——为了与我国现有标准系列一致，将标准名称改为“电子电气产品中某些物质的测定 第3-3部分： 配有热裂解热脱附的气相色谱-质谱法 (Py/TD-GC-MS)筛选聚合物中的多溴联苯、多溴二苯醚和邻苯二甲酸酯”；

——将“豁免”改为“应用例外”；

与本文件中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/Z 30374-2013 电子电气产品中限用物质评价指南（IEC/TR 62476:2010，IDT）；

——GB/Z 32582-2016，电子电气产品与系统环境标准化 环境因素标准化 术语（IEC 62542 FDIS:2013，MOD）。

本文件由全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会（SAC/TC297）提出并归口。

本文件起草单位：XXX。

本文件主要起草人：XXX。

电子电气产品中某些物质的测定  
第3-3部分：配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法 (Py/TD-GC-MS)筛选聚合物中的多溴联苯、多溴二苯醚和邻苯二甲酸酯

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

1 范围

GB/T 39560的本部分规定了使用配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法（Py/TD-GC-MS），对电子电气产品聚合物中的多溴联苯（PBB）、多溴二苯醚（PBDE）、邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP）、邻苯二甲酸二丁酯（DBP）、邻苯二甲酸丁苄酯（BBP）、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯（DEHP）、邻苯二甲酸二辛酯（DNOP）、邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）以及邻苯二甲酸二异癸酯（DIDP）进行筛选分析的方法。

已通过含有100 mg/kg~1 000 mg/kg的十溴二苯醚以及100 mg/kg~4 000 mg/kg的各种邻苯二甲酸酯的PP（聚丙烯）、PS（聚苯乙烯）以及PVC（聚氯乙烯）材料，对该检测方法进行了验证，如附录J所示。本标准所述方法对其他聚合物类型的PBB（一溴至十溴）、PBDE（一溴至十溴）、邻苯二甲酸酯或者上述规定浓度范围之外的运用未作具体验证。

2 规范性引用文件

GB/T 39560.1-2020，电子电气产品中某些物质的测定——第1部分：介绍和概述(IEC 62321-1:2013，IDT)。

3 术语、定义与缩略语

3.1 术语和定义

GB/T 39560.1-2020中界定及下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

标准物质

一种充分均匀且特性稳定的材料，其制成预定适合用于标称特性的测量或检查。

[来源：GB/T 39560.1-2020， 3.1.7 [1]]

3.1.2

筛选

确定产品的代表性部分或部件中是否含有某些物质的分析方法，该方法通过与物质存在、不存在和进一步检测设定的对应限值比对以确定物质存在、不存在或需要进一步检测。

注1：如果筛选方法测得的值不能判断是否含有待测物质，则可能需要进行进一步的确证分析或采用其他流

程做出最终存在或不存在的决定。

[来源：GB/T 39560.1-2020， 3.1.10]

3.1.3

校准品

校准用标准物质

以固态或液态形式存在的物质，其中目标分析物的浓度已知且稳定，用于建立分析物浓度或质量与仪器响应之间的关系。

3.1.4

响应因子RF

所分析化合物的峰面积与该化合物的质量之比，按公式（1）计算。

(1)

式中

*RF* ——响应因子；

*A* ——化合物的峰面积；

*m* ——化合物的质量。

3.1.5

相对响应因子 RRF

两种化合物（即化合物A和化合物B）的RF之比，按公式（2）计算。

(2)

式中

*RRFa/b* ——化合物A相对于化合物B的相对响应因子；

*RFa* ——化合物A的响应因子；

*RFb* ——化合物B的响应因子。

3.1.6

替代化合物

用于计算每种目标分析物RRF的化合物

注1：可以选择多种化合物作为替代化合物。分析物的RRF为分析物的RF与该化合物RF之间的比值。在公式（3）

中，化合物B便代表的是替代化合物。替代化合物的作用与用来校正响应因子的内标物相同。在测试样品分析之前首先分析替代化合物。根据替代化合物的RF和分析物的RRF，按公式(3)计算出每种分析物的RF。

*RFA=RRFA/B×RFB*(3)

式中

*RFa* ——化合物A的响应因子；

*RFb* ——化合物B（即替代化合物）的响应因子。

3.2 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

|  |  |
| --- | --- |
| BB-003 | 4-溴联苯(4-bromobiphenyl) |
| BB-015 | 4,4'-二溴联苯(4,4'-dibromobiphenyl) |
| BB-029 | 2,4,5-三溴联苯(2,4,5-tribromobiphenyl) |
| BB-049 | 2,2',4,5'-四溴联苯(2,2',4,5'-tetrabromobiphenyl) |
| BB-103 | 2,2',4,5',6-五溴联苯(2,2',4,5',6-pentabromobiphenyl) |
| BB-153 | 2,2',4,4',5,5'-六溴联苯(2,2',4,4',5,5'-hexabromobiphenyl) |
| BB-189 | 2,3,3',4,4',5,5'-七溴联苯(2,3,3',4,4',5,5'-heptabromobiphenyl) |
| BB-194 | 2,2',3,3’,4,4',5,5'-八溴联苯(2,2',3,3’,4,4',5,5'-octabromobiphenyl) |
| BB-206 | 2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6-九溴联苯(2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6-nonabromobiphenyl) |
| BB-209 | 十溴联苯(decabromobiphenyl) |
| BBP | 邻苯二甲酸丁苄酯(benzyl butyl phthalate) |
| BDE-003 | 4-溴联苯醚(4-bromodiphenyl ether) |
| BDE-015 | 4,4'-二溴二苯醚(4,4'-dibromodiphenyl ether) |
| BDE-028 | 2,4,4'-三溴二苯醚(2,4,4'-tribromodiphenyl ether) |
| BDE-047 | 2,2',4,4'-四溴二苯醚(2,2',4,4'-tetrabromodiphenyl ether) |
| BDE-099 | 2,2',4,4',5-五溴二苯醚(2,2',4,4',5-pentabromodiphenyl ether) |
| BDE-153 | 2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚(2,2',4,4',5,5'-hexabromodiphenyl ether) |
| BDE-183 | 2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚(2,2',3,4,4',5',6-heptabromodiphenyl ether) |
| BDE-203 | 2,2',3,4,4',5,5',6-八溴二苯醚(2,2',3,4,4',5,5',6-octabromodiphenyl ether) |
| BDE-206 | 2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴二苯醚(2,2',3,3',4,4',5,5',6-nonabromodiphenyl ether) |
| BDE-209 | 十溴二苯醚(decabromodiphenyl ether) |
| CRM | 有证标准物质(certified reference material) |
| DBP | 邻苯二甲酸二丁酯(di-n-butyl phthalate) |
| DEHP | 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯[di-(2-ethylhexyl) phthalate] |
| DIBP | 邻苯二甲酸二异丁酯(di-isobutyl phthalate) |
| DIDP | 邻苯二甲酸二异癸酯(di-isodecyl phthalate) |
| DINP | 邻苯二甲酸二异壬酯(di-isononyl phthalate) |
| DNOP | 邻苯二甲酸二辛酯(di-n-octyl phthalate) |
| EGA | 逸出气体分析(evolved gas analysis) |
| El | 电子电离(electron ionization) |
| GC | 气相色谱(gas chromatography) |
| LOQ | 定量限(limit of quantifiction) |
| MDL | 方法检出限(method detection limit) |
| MS | 质谱法(mass spectrometry) |
| PBB | 多溴联苯(polybrominated biphenyl) |
| PBDE | 多溴二苯醚(polybrominated diphenyl ether) |
| PBMS | 基于性能的评价系统(performence-based measurement system) |
| PE | 聚乙烯(polyethylene) |
| PP | 聚丙烯(polypropylene) |
| PS | 聚苯乙烯(polystyrene) |
| PVC | 聚氯乙烯(polyvinyl chloride) |
| Py/TD-GC-MS | 配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyser/thermal desorption accessory) |
| QC | 质量控制(quality control) |
| RF | 响应因子(response factor) |
| RRF | 相对响应因子(relative response factor) |
| SIM | 选择性离子检测(selected ion monitoring) |
| THF | 四氢呋喃(tetrahydrofuran) |

4 原理

4.1 概述

为了减少测试量，提出了“筛选”这一概念。作为其他测试分析的前提工作，筛选的目的是快速确定所筛选的产品部分是否：

- 含有浓度明显高于标准值的某种物质，被视为不可接受；

- 含有浓度明显低于标准值的某种物质，被视为可接受；

- 含有某种浓度非常接近于所选标准值的物质，将所有可能的测量误差和安全因素均考虑后，依然无法确切判断该物质存在或不存在的可接受程度，需要采取后续操作，包括使用验证测试程序来进一步分析。

本检测方法通过Py/TD-GC-MS分析技术来筛选电子电气产品聚合物中的PBB、PBDE、DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP以及DIDP。附录A中给出了一个流程图，举例说明了如何利用这种方法来进行筛选。

4.2 检测原理

Py/TD-GC-MS使用配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法（详见附录B，图B.1）来筛选电子电气产品的聚合物中是否存在PBB、PBDE、DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP以及DIDP。 Py/TD-GC-MS不涉及长时间的溶剂提取过程，可以对PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯进行快速筛选。将聚合物样品直接注入热裂解器，通过特定的加热区，从聚合物中热提取PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯。然后，将热脱附的PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯转移至气相色谱仪中。随即，PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯通过气相色谱柱分离，并由质谱仪进行检测。基于标准试样分析，根据保留时间、m/z（定量和定性离子）和离子比例来确定相应的PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯。将选择性离子检测（SIM）模式用作MS的测量模式，以提高检出限。借助基于替代化合物RF而归一化的响应因子（RF）和相对响应因子（RRF），可以计算出原始样品中PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯的浓度。通过验证其准确性，可以持续使用RRF。当按11.2.5中方法验证不同Py/TD-GC-MS测试系统的回收率在70 %~130 %时，可采用其中一套Py/TD-GC-MS系统测定的RRF。

注1：MS全扫描模式（SCAN模式）适用于检查聚合物中是否存在由其他添加物引起的阴性基材干扰。该干扰会导致离子抑制，造成测试结果偏低。全扫描/选择离子同时扫描模式（SCAN/SIM模式）也适用。

注2：附录C中给出了用于筛选的潜在替代试验方法。

注3：由于GB/T 39560（所有部分）采用PBMS，能够实现本文所述等效性能标准的试验方法同样适用。

5 试剂与材料

在使用前，对试剂化学品进行污染和空白值检测。

当测试PBB和/或PBDE时，宜使用降解性较低的材料（如PP和PS）作为测定响应因子的标准样品，参见附录D：

注1：已知十溴联苯和十溴二苯醚在某些类型的聚合物中会高度降解。

a） 来自纯净来源的空白聚合物材料，其中不含特定分析物和其他可能通过峰重叠或离子抑制而干扰分析的化合物，参见附录D；

b） 氦气，纯度大于99.999%（体积分数）；

注2：如果确认满足性能的要求，则可以使用氮气。

c） 校准品：参见附录D；

d） 聚合物标准物质：其中一种含有约100 mg/kg的分析物（PBB、PBDE和/或邻苯二甲酸酯），另一种含有约1 000 mg/kg的分析物；

以下化学试剂用于制备聚合物样品时，宜进行如上类似的测试：

e） 甲苯（GC级或更高级别），用于制备PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯标准溶液；

f） THF（GC级或更高级别），用于制备聚合物溶液。

6 仪器设备

使用以下各项进行分析：

a） 分析天平，精确至0.00001g；

b） 去活玻璃棉；

c） 去活样品杯；如果某个样品杯需要重复使用，通过在不加样品的情况下进行分析来确认分析物残留情况；

注1：在重复使用样品杯之前，对其进行烘烤，以免出现交叉污染。如果某个重复使用的样品杯会引起一定的PBDE和PBB分解，则不宜重复使用该样品杯。

d） 气相色谱-质谱仪，带有热裂解/热脱附装置、分流/不分流进样口以及可编程温度控制烘箱的。质谱仪能够执行选择离子扫描模式（SIM模式）和全扫描模式（SCAN模式）；

注2：自动进样器用于确保重复性。

e） 热裂解/热脱附装置；

f） 毛细管柱；

必要时，使用以下物品进行样品制备：

g） 低温研磨机，带液氮冷却；

h） 用于切割或锉磨聚合物的聚合物样品制备工具，例如钳子、微量刮勺、镊子、刀具、锉刀和微型打孔机等；

i） 微量注射器或自动移液器；

j） 玻璃仪器，由棕色或琥珀色玻璃制成，用于长期储存PBDE。

注3：为了避免PBDE样品在长期储存过程中被紫外光分解和/或脱溴，采用由棕色或琥珀色玻璃制成的玻璃仪器。

7 取样

使用刀具将样品切成小块，或对其进行锉磨。

8 程序

8.1 分析的总体说明

仪器的确认包括测试连续样品之间的潜在交叉污染。额外的空白样品或相反的测试顺序有助于识别交叉污染。

遵循以下总体说明:

a） 对含有高浓度分析物的测试样品进行分析后，宜分析空白样品，直至PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯的本底值降至100 mg/kg或更低。

注：空白聚合物材料或空白样品杯用于空白样品分析。

b） 为了减少空白值，在样品制备中确保使用的所有工具的清洁度。

8.2 样品制备

8.2.1 总述

在制备样品的过程中，使用洁净的实验室器具（例如刀具、镊子），以避免交叉污染。

注：如果分析物分布不均匀并且0.5mg的样品质量不能保证代表浓度，则从多个位置取样，并使用低温研磨机充分混合样品，或者使用最佳溶剂（如THF）来完全溶解样品。参考GB/T 39560.2 [2]。

8.2.2 聚合物样品

a） 使用微量刮勺或镊子将大约0.5 mg的切割或粉末样品放入已预先称重的样品杯中。

b） 记录装有样品的样品杯的总重量（精确至0.01mg），通过从总重量中减去样品杯的重量得出样品的重量，并将其记录下来。

c） 将适量的去活玻璃棉放入样品杯中，确保样品粉末不会溢出。

注：请参考附录E。

8.2.3 储备溶液或聚合物标准物质

PS溶液和标准混合溶液用于校准和灵敏度检查。也可使用聚合物标准物质（薄片状或薄膜状等）进行校准和灵敏度检查。（见附录D）。

注1：以下溶液浓度和溶剂类型为示例，也可根据需要更改。

a） PS溶液：THF溶剂，浓度为50 mg/mL；

注2：如果有合适的溶剂充分溶解，也可使用其他类型的基础聚合物。

注3：在测量PBB和/或PBDE时，十溴二苯醚在某些聚合物中会高度降解，因此使用PS溶液作为标准样品来确定响应因子，参考附录D。

b） PBB溶液：含有各种多溴联苯的甲苯溶液，浓度为50 μg/mL；

c） PBDE溶液：含有各种多溴二苯醚的甲苯溶液，浓度为50 μg/mL；

d） 邻苯二甲酸酯溶液：在正己烷或甲苯等有机溶剂中，浓度为100 μg/mL，其中包含分析所需的所有邻苯二甲酸酯；

e） DEHP等替代化合物的储备溶液：在正己烷或甲苯等有机溶剂中，浓度为100 μg/mL。

注4：当有多种替代化合物时，制备各种替代化合物的储备溶液或混合溶液。

8.3 仪器参数

为了有效分离所有校准溶液中的同系物，并满足质量控制(QC)和检出限(LOD) 的要求，对于某一具体的GC-MS系统，可能需要采用不同的条件进行优化。以下参数是适宜的例子（见表1）。总离子流色谱图见附录G（见图G.1）。

**表1 - Py/TD-GC-MS的测定条件**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 热裂解 | | | | |
| 炉温 | 200 °C → (20 °C/min) → 300 °C → (5 °C/min) → 340°C **(1** min) | | | |
| 接口温度 | 300 °C（接口温度控制方式：手动） | | | |
| GC | | | | |
| 色谱柱 | 100 %二甲基聚硅氧烷，长15 m；内径0.25 mm；膜厚0.05 μm | | | |
| 进样口温度 | 320 °C | | | |
| 柱温箱温度 | 80 °C → (20 °C /min) → 300 °C (5 min) | | | |
| 进样方式 | 分流（分流比：1/50） | | | |
| 载气 | 氦气，1.5 mL/min，恒定线速度 | | | |
| MS | | | | |
| 离子源温度 | 230 °C | | | |
| 电离法 | 电子电离（EI）， 70 eV | | | |
| 监控质量离子（m/z） | 化合物名称 | 定量离子 | 定性离子-1 | 定性离子-2 |
| BB-003 | 231.9 | 233.9 | - |
| BB-015 | 311.8 | 309.8 | 313.8 |
| BB-029 | 389.8 | 387.8 | 391.8 |
| BB-049 | 309.8 | 307.8 | 467.7 |
| BB-103 | 387.7 | 385.7 | 545.6 |
| BB-153 | 467.6 | 465.6 | 627.5 |
| BB-189 | 545.6 | 543.6 | 705.4 |
| BB-194 | 625.5 | 623.5 | 627.5 |
| BB-206 | 703.4 | 701.4 | 705.4 (863.4) |
| BB-209 | 783.3 | 781.3 | 785.3 (943.1; 215.8; 382.6; 384.5) |
| BDE-003 | 247.9 | 249.9 |  |
| BDE-015 | 327.8 | 325.8 | 329.8 |
| BDE-028 | 405.8 | 403.8 | 407.8 |
| BDE-047 | 325.8 | 323.8 | 483.7 |
| BDE-099 | 403.7 | 401.7 | 561.6 |
| BDE-153 | 483.6 | 481.6 | 643.5 |
| BDE-183 | 561.6 | 559.6 | 721.4 |
| BDE-203 | 641.5 | 639.5 | 643.5 (801.3) |
| BDE-206 | 719.4 | 717.4 | 721.4 (879.2) |
| BDE-209 | 799.3 | 797.3 | 959.1 |
| DIBP | 223 | 205 | 149 |
| DBP | 223 | 205 | 149 |
| BBP | 206 | 91 | 149 |
| DEHP | 279 | 167 | 149 |
| DNOP | 279 | 167 | 149 |
| DINP | 293 | 167 | 149 |
| DIDP | 307 | 167 | 149 |
| 扫描范围 | 50~1 000 m/z |  |  |  |
| 注1：MS全扫描模式（SCAN模式）适用于检查聚合物中是否存在由其他添加物引起的阴性基材干扰。该干扰会导  致离子抑制，造成测试结果错误。全扫描/选择离子同时扫描模式（SCAN/SIM模式）也适用。  注2：MS全扫描模式（SCAN模式）可用于检测其他添加物。  注3：DIDP和DINP有多个色谱峰，对基线以上的峰面积进行积分。  注4：炉温优化见附录F。  注5：为防止PBDE和PBB分解，可以采用惰性或热处理离子源盒。 | | | | |

8.4 校准

8.4.1 总述

每种目标分析物的RRF通过目标分析物的RF和替代化合物的RF计算得出。在该方法中，替代化合物的选择至关重要。宜选择DEHP，在Py/TD-GC-MS分析过程中它的热学性质和化学性质都很稳定。可以为每组目标分析物（如PBDE、PBB和邻苯二甲酸酯）选择替代化合物，它们宜有相近的物理性质和化学性质。

8.4.2 测定RRF

测定六种邻苯二甲酸酯（DIBP、DBP、BBP、DNOP、DINP和DIDP）、多溴联苯 (PBB) 以及多溴二苯醚（PBDE）的RRF。对于PBB和PBDE，宜按照每种同系物确定RRF。如果使用 DEHP作为替代化合物，则DEHP的RRF变为1。

准确性经过验证后，RRF可以持续使用。此外，当通过11.2.5中的试验确认回收率处于70 %~130 %的范围，可采用由不同Py/TD-GC-MS系统测定的RRF。

注1：RRF所需的准确度详见11.2.3和11.2.4。

使用溶液来测定RRF的过程：

a） 制备0.5 mg的样品（例如PS聚合物），其中包含1 000 mg/kg浓度的目标分析物。

- 将10 μL的PS溶液（50 mg/mL）注入样品杯中。

- 将10 μL PBB溶液（50 μg/mL）、10 μL PBDE溶液（50 μg/mL）和 5 μL邻苯二甲酸酯储备溶液（100 μg/mL） 注入同一样品杯中。

- 在室温下干燥溶液。

b) 分析样品。

c) 记录峰面积。

d) 分别使用公式（4）和（5）计算DEHP和每种目标分析物的RF。

e) 通过公式（8）计算每种目标分析物的RRF。

除了含有1 000 mg/kg浓度分析物的聚合物标准物质之外，也可将浓度为1000 mg/kg的DEHP用作替代化合物。

f) 分析聚合物标准物质（8.2.1）。

g) 记录峰面积。

h) 利用公式（4）和（5）计算DEHP和每种目标分析物的RF。

I) 通过公式（8）计算每种目标分析物的RRF。

(4)

(5)

式中

*RFDEHP*和*RFa* ——DEHP和目标分析物的响应因子（mg-1）；

*ADEHP*和 *AA* ——DEHP和目标分析物的峰面积；

*mDEHP* 和 *mA* ——DEHP和目标分析物的质量，单位为毫克（mg）。

使用大约0.5 mg的经切割或粉末状聚合物标准物质，用下列公式（6）和（7）计算并替换公式（4）和（5）中DEHP和目标分析物的质量。

(6)

(7)

式中

*MR* ——DEHP和目标分析物的聚合物标准物质的质量，单位为毫克（mg）；

*CDEHP* 和*CA* ——DEHP和目标分析物的浓度，单位为毫克每千克（mg/kg）；

*RRFA/DEHP=RFA/RFDEHP*  (8)

式中

*RRFA/DEHP* ——目标分析物相对于DEHP的相对响应因子；

*RFA* ——目标分析物的响应因子（mg-1）；

*RFDEHP* ——DEHP的响应因子（mg-1）。

注2：聚合物溶液和标准溶液可同时注入，以避免仅注入标准溶液时低沸点化合物（例如，一溴联苯和一溴二苯醚）挥发的风险。

注3：DIDP和DINP有多个色谱峰，应对基线以上的总峰面积进行积分。

注4：RRF示例见附录H。

9 计算

9.1 总述

当DEHP用作替代化合物时，不与内标物一样添加到测试样品中，因为它是其中一种目标分析物。在进行测试样品分析之前对其进行分析。每种分析物的RF通过替代化合物的RF和分析物的RRF计算得出。利用分析物的峰面积和RF，计算分析物的质量。

确定每种邻苯二甲酸酯的最终浓度。

只有那些检测到的高于检出限的PBB和PBDE化合物才计入总和。如果检测到任何高于检出限的PBDE（或PBB，从一溴到十溴），在报告结果中标示。

9.2 测定DEHP的RF

在进行测试样品分析之前，制备并分析替代化合物样品，以计算每种分析物的RF。

a) 可用含有浓度约为1 000 mg/kg的替代化合物（DEHP）的聚合物标准物质。将大约0.5 mg经切割或粉末状的聚合物标准物质放入Py/TD-GC-MS样品杯中（参见附录D）。

b) 利用公式（4）计算响应因子RFDEHP-2：

注：若无聚合物标准物质可供使用，可以通过下述程序制备替代化合物样品的替代物。

将10 μL的PS溶液（50 mg/mL）和 5 μL的DEHP标准溶液（100 μg/mL）注入样品杯中，在室温下干燥。

9.3 计算

9.3.1 计算RF

当替代化合物样品（DEHP）包含其他目标分析物时，这些分析物的RF可以通过公式（5）求出，而无需用到DEHP的RRF。

注：此程序与GB/T 39560.8 [3]中的筛选程序相同。

当聚合物标准物质不含其他目标分析物时，这些分析物的RF通过公式（9）求出：

*RFA-2=RRFA/DEHP×RFDEHP-2* (9)

式中

*RRFA/DEHP* ——目标分析物相对于DEHP的相对响应因子；

*RFA-2* ——目标分析物的响应因子（mg-1）；

*RFDEHP-2* ——DEHP的响应因子（mg-1）。

注：IEC 62321-3-3:2021 公式(9)有误，此处有修改。

9.3.2 浓度计算

样品中每种邻苯二甲酸酯的最终浓度以及PBB和PBDE每种同系物的最终浓度可以通过公式（10）来计算：

(10)

式中

*Cfinal* ——样品中每种目标分析物的浓度，单位为mg/kg；

*AA-2* ——每种目标分析物的峰面积；

*RFA-2* ——每种目标分析物的响应因子（mg-1）；

*MS* ——样品的质量，单位为千克（kg）。

注：RRF是针对PBB和PBDE每种同系物确定的，因此计算出的Cfinal也是针对PBB和PBDE的每种同系物。

(11)

(12)

式中

*Ctotal PBB* ——样品中PBB总量的浓度，单位为mg/kg；

*Ctotal PBDE* ——样品中PBDE总量的浓度，单位为mg/kg；

*CMonoBB ,CDiBB ···* ——样品中每种PBB的浓度，单位为mg/kg；

*CMonoBDE , CDiBDE···*  ——样品中每种PBDE的浓度，单位为mg/kg。

10 精密度

10.1 筛选判断

根据国际实验室间研究3-3（IIS3-3）结果而做出的总体筛选判断详见表2。

根据附录A中的流程图做出筛选判断，举例说明当单个DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP和DIDP、PBB总量以及PBDE总量的浓度可接受阈值分别设定为1000 mg/kg时，如何运用Py/TD-GC-MS方法进行筛选。对于“低于限制值”或“合格”，预期的筛选结果应标记为“BL”；对于“超过限制值”或“不合格”，应标记为“OL”；对于需要开展GC-MS仲裁试验的“不确定”，应标记为“INC”。

除一个实验室外，所有实验室（六到十一个实验室不等）都提交了阈值判断结果，如表2所示。由于错误鉴定，实验室在样品IIS3-3\_5中检测到DNOP。

表2 - IIS3-3筛选和阈值判断

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 目标化合物 | 平均值  mg/kg | 预期值  mg/kg | 预期筛选结果  (BL， INC， OL) | 提交筛选判断结果的实验室数量 | | | 提交错误阈值判断结果的实验室数量 |
| 邻苯二甲酸酯（mg/kg） | | |
| ≤ 500 | 500~1 500 | ≥ 1 500 |
| PBB/ PBDE mg/kg | | |
| ≤ 300 | 300~1 700 | ≥ 1 700 |
| IIS3-3\_1 | DIBP | 88.1 | 88 | BL | 11 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | DBP | 86.5 (94.9) | 84 | BL | 10 (11) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | BBP | 68.7 | 77 | BL | 11 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | DEHP | 78.9 (103.9) | 87 | BL | 9 (11) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | DNOP | 74.1 | 92 | BL | 11 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | DINP | 64.2 (60.2) | 93 | BL | 10 (11) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | DIDP | 84.8 | 96 | BL | 11 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | PBB | 0.0 | 0 | BL | 11 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_1 | PBDE | 45.7 (25.1) | 83 | BL | 6(11) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | DIBP | 910.9 | 849 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | DBP | 935.8 | 810 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | BBP | 820.0 | 787 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | DEHP | 892.8 | 849 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | DNOP | 898.4 | 834 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | DINP | 697.3 | 1 001 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | DIDP | 1 044.3 | 1 086 | INC | 0 | 11 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | PBB | 0.0 | 0 | BL | 11 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_2 | PBDE | 929.2 (895.1) | 884 | INC | 0 | 10 (11) | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | DIBP | 2.3 | 0 | BL | 8 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | DBP | 3.1 (15.1) | 0 | BL | 7(8) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | BBP | 0.5 | 0 | BL | 8 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | DEHP | 6.9 (52.3) | 0 | BL | 6(8) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | DNOP | 2.0 | 0 | BL | 8 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | DINP | 1.0 | 0 | BL | 8 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | DIDP | 0.4 | 0 | BL | 8 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | PBB | 0.5 | 0 | BL | 8 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_4 | PBDE | 744.5 (635.1) | 886 | INC | 0 | 6 (8) | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | DIBP | 9.9 | 0 | BL | 10 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | DBP | 129.9 (117.0) | 0 | BL | 9 (10) | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | BBP | 29.7 | 0 | BL | 10 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | DEHP | 4 700.9 | 3 923 | OL | 0 | 0 | 10 | 0 |
| IIS3-3\_5 | DNOP | 0.0 (5 314.7) | 0 | BL | 9 | 0 | (1) | (1) |
| IIS3-3\_5 | DINP | 78.7 | 0 | BL | 10 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | DIDP | 11.0 | 0 | BL | 10 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | PBB | 0.0 | 0 | BL | 10 | 0 | 0 | 0 |
| IIS3-3\_5 | PBDB | 0.0 (9.0) | 0 | BL | 9 (10) | 0 | 0 | 0 |
| 符号说明  BL 低于限制值  INC 不确定的预期值  OL 超过限制值  （）包括轮廓数据 | | | | | | | | |

有关支持性数据，请参见附录J。

10.2 重复性和再现性

当在相同的实验室，由相同的操作员使用相同的设备，在相同的测试材料上短时间间隔内使用相同的方法得到的两次独立单一的测试结果值，在表3、表4和表5的平均值范围内，其超过5%的情况下所获得的两次测试结果之间的绝对差异不会超过国际实验室间研究（IIS）结果的统计分析得出的重复性限*r*。

当在不同的实验室,有不同的操作员使用相同的方法,使用不同的设备针对相同的测试材料得到的两次单一测试结果值,在表3、表4和表5的平均值范围内,其超过5%的情况下所获得的两次测试结果之间的绝对差异不会超过国际实验室间研究（IIS）结果的统计分析得出的再现性限*R*。

表3 - IIS3-3重复性和再现性（邻苯二甲酸酯）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  | 平均值 | 重复性限 | 再现性限 |
| 邻苯二甲酸酯 | 样品 | *μ* | *r* | *R* |
|  |  | mg/kg | mg/kg | mg/kg |
| DIBP | IIS3-3\_1 | 88.1 | 16.9 | 56.6 |
|  | IIS3-3\_2 | 910.9 | 116.2 | 490.7 |
|  | IIS3-3\_4 | 2.3 | 1.8 | 18.4 |
|  | IIS3-3\_5 | 9.9 | 11.6 | 21.3 |
| DBP | IIS3-3\_1 | 86.5 | 22.3 | 66.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 935.8 | 120.4 | 325.3 |
|  | IIS3-3\_4 | 3.1 | 4.1 | 12.2 |
|  | IIS3-3\_5 | 129.9 | 87.4 | 152.3 |
| BBP | IIS3-3\_1 | 68.7 | 23.1 | 59.7 |
|  | IIS3-3\_2 | 820.0 | 143.7 | 303.8 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.5 | 1.1 | 4.1 |
|  | IIS3-3\_5 | 29.7 | 13.9 | 38.5 |
| DEHP | IIS3-3\_1 | 78.9 | 21.4 | 45.8 |
|  | IIS3-3\_2 | 892.8 | 135.9 | 282.6 |
|  | IIS3-3\_4 | 6.9 | 17.4 | 33.7 |
|  | IIS3-3\_5 | 4 700.9 | 2 093.4 | 3 964.0 |
| DNOP | IIS3-3\_1 | 74.1 | 26.3 | 56.6 |
|  | IIS3-3\_2 | 898.4 | 143.9 | 263.4 |
|  | IIS3-3\_4 | 2.0 | 6.2 | 11.9 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 0 |
| DINP | IIS3-3\_1 | 64.2 | 27.8 | 51.4 |
|  | IIS3-3\_2 | 697.3 | 110.7 | 279.2 |
|  | IIS3-3\_4 | 1.0 | 6.3 | 9.4 |
|  | IIS3-3\_5 | 78.7 | 46.3 | 269.4 |
| DIDP | IIS3-3\_1 | 84.8 | 37.6 | 67.7 |
|  | IIS3-3\_2 | 1 044.3 | 241.8 | 391.2 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 2.9 | 4.1 |
|  | IIS3-3\_5 | 11.0 | 11.2 | 37.2 |

表4 - IIS3-3重复性和再现性（PBB）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  | 平均值 | 重复性限 | 再现性限 |
| PBB | 样品 | *μ* | *r* | *R* |
|  |  | mg/kg | mg/kg | mg/kg |
| PBB总量 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.5 | 1.0 | 4.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 一溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 二溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 三溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 四溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.4 | 0.6 | 2.9 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 五溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.1 | 0.5 | 0.7 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 六溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.1 | 0.6 | 0.8 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 七溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 八溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 九溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 十溴联苯 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |

表5 - IIS3-3重复性和再现性（PBDE）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| PBDE | 样品 | 平均值 | 重复性限 | 再现性限 |
| *μ* | *r* | *R* |
| mg/kg | mg/kg | mg/kg |
| PBDE总量 | IIS3-3\_1 | 45.7 | 26.2 | 46.2 |
|  | IIS3-3\_2 | 929.2 | 281.6 | 685.6 |
|  | IIS3-3\_4 | 744.5 | 243.0 | 484.1 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 一溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 二溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 三溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 四溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.2 | 1.5 | 2.2 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 五溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.6 | 1.2 | 5.2 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 六溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.1 | 0.4 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 七溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
|  | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0.2 | 0.3 |
|  | IIS3-3\_4 | 0.0 | 0.4 | 0.4 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 八溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 0.6 | 2.1 | 4.1 |
|  | IIS3-3\_2 | 3.2 | 8.8 | 17.8 |
|  | IIS3-3\_4 | 4.4 | 27.6 | 32.9 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 九溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 3.9 | 3.8 | 15.6 |
|  | IIS3-3\_2 | 15.6 | 8.6 | 48.9 |
|  | IIS3-3\_4 | 70.0 | 37.9 | 168.4 |
|  | lIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| 十溴二苯醚 | IIS3-3\_1 | 37.8 | 26.3 | 52.9 |
|  | IIS3-3\_2 | 879.3 | 352.6 | 713.2 |
|  | IIS3-3\_4 | 611.4 | 237.0 | 590.4 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |

11 质量保证与控制

11.1 总述

测试方法的质量保证和控制条款宜包括控制样品测试频率和验收标准的要求。

11.2 质量控制

11.2.1 灵敏度试验

通过每个序列样品中50 ng分析物的S/N比来确认仪器灵敏度。经确认的S/N比宜大于30。在本项试验中，可以选用最适合的分析物，宜包括DEHP。

使用聚合物标准物质（100 mg/kg）进行灵敏度检查。将大约0.5 mg的压碎、切割或粉末状聚合物标准物质放入样品杯中（详见图D.1）。

注1：以下程序也用于制备灵敏度检查样品。聚合物溶液和标准溶液可同时注入，以避免仅注入标准溶液时低沸点化合物（例如，一溴联苯和一溴二苯醚）挥发的风险。

a) 使用微升注射器，将10 μL的PS溶液（50 mg/mL）和0.5 μL的含各种分析物的标准混合溶液（100 μg/mL）注入样品杯中。

b) 在室温下干燥溶液。

注2：附录I就样品分析序列给出了一个示例。

11.2.2 空白试验

在每组样品开始之际，执行一次空白试验，以便确定样品之间没有分析物残留。当分析含有高浓度 PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯的样品时，这一点尤其重要。如果仪器被分析物污染，将导致假阳性结果。在分析高浓度样品（大于1 %）后，应分析空白样品，直至PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯的本底值均降至100 mg/kg或更低。若发现有分析物残留，则重新分析那些在受到严重污染后分析的样品。

注1：空白聚合物材料或空白样品杯用于空白样品分析。

注2：附录I就样品分析序列给出了一个示例。

11.2.3 系统稳定性试验

宜提前确定样品序列中执行系统稳定性试验的时间。按照样品序列中确定的时间，对含有1000 mg/kg DEHP的聚合物标准物质加以分析。DEHP的回收率宜处于70 %~130 %。如果回收率不在这一范围内，则停止分析。当稳定性试验合格时，之前注入的样品可报告结果；而在稳定性试验失败时，之前注入的样品则通过空白试验、灵敏度试验和校准后重新分析。

注1：当每二十份样品进行一次稳定性检查时，无需提前确定系统稳定性试验的样品数量。

注2：如果稳定性试验反复失败，则进行系统维护，使其恢复到最佳运行条件。

注3：如果没有聚合物标准物质，可以通过下述程序制备替代化合物样品的替代物。

a) 将10 μL的PS溶液（50 mg/mL）和 5 μL的DEHP标准溶液（100 μg/mL）注入样品杯中。

b) 在室温下干燥溶液。

11.2.4 降解试验

降解试验先于RRF试验（11.2.5）执行，以确认Py/TD-GC-MS系统的惰性。若热裂解器的毛细管柱和样品路径被污染，出现退化，可能会促使十溴二苯醚降解，因为十溴二苯醚这种化合物相对热不稳定。分析含有十溴二苯醚（例如，浓度为1000 mg/kg）但不含九溴二苯醚的聚合物标准物质。基于十溴二苯醚和分解产物（九溴二苯醚）的浓度（9.3.2），利用公式（11）求出分解百分率：

(11)

式中

*Cdeca-BDE* ——十溴二苯醚的浓度，单位为毫克每千克（mg/kg）；

*Cnona-BDE* ——九溴二苯醚的浓度，单位为毫克每千克（mg/kg）；

*D* ——降解率（%）。

确认降解率达到30%或更小值。如果降解率大于30%，进行维护系统，使降解率降至30%。

注1：已知十溴二苯醚在某些类型的聚合物（例如PE）中会高度降解。在热降解试验中用作标准样品时，PP和PS是合适的基质聚合物。

注2：进行500次样品分析后，应进行热降解试验。

11.2.5 RRF试验

在Py/TD-GC-MS维护之后或对方法或仪器类型做出重大变更时，宜在样品测试之前执行RRF试验。 RRF试验待降解试验（11.2.4）结束后再进行。为了评估RRF的稳定性，选择特定的分析物和适当的替代化合物，然后分析这些聚合物标准物质（例如，分别为1000 mg/kg），并计算浓度（详见9.3）。确定最终浓度（9.3），并确认每种分析物的定量结果偏差小于30 %。如果超过30 %，则重新确定 RRF。

注：已知十溴二苯醚在某些类型的聚合物中会高度降解。在测量PBB和/或PBDE时，基于十溴二苯醚而执行的RRF试验足以确认Py/TD-GC-MS系统。

11.3 方法检出限（MDL）和定量限（LOQ）

当方法或仪器类型每次发生重大变化时，在开展样品测试前对方法检出限（MDL）进行确认。 对目标物质在基质中以较低浓度存在的样品（例如塑料）进行重复测量，从而以实验方式确定MDL。 十溴二苯醚的MDL被确定为PBDE和PBB每种同系物的代表性MDL，因为十溴二苯醚在PBDE和PBB中的检出限最高。确定每种邻苯二甲酸酯的MDL，包括DEHP。 至少进行六次重复测量，以确定可计算的MDL。完整MDL通过将重复测量的标准偏差乘以适当的包含因子来确定。国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）建议不少于六次的重复测量采用因子3，而美国环境保护署（EPA）使用单侧置信区间，因子为针对重复测量次数和置信水平的t分布值（例如，六次重复测量和99%置信度时，t = 3，36）。所有分析应连续开展，以便计算MDL。

聚合物标准物质（100 mg/kg）可用于测定MDL。将大约0.5 mg的压碎、切割或粉末状标准物质放入样品杯中（详见图D.1）。

以下程序也用于制备方法检出限的检查样品。

a) 利用微升注射器，将10 μL的PS溶液（50 mg/mL）和0.5 μL的标准混合溶液（100 μg/mL）注入样品杯中。

b) 在室温下干燥溶剂，然后分析重复样品。

注：聚合物溶液和标准溶液可同时注入，以避免仅注入标准溶液时低沸点化合物（例如，一溴联苯和一溴二苯醚）挥发的风险。

每种物质的MDL计算结果宜小于或等于100 mg/kg。如果任何物质的MDL计算结果高于这些限值，则重新执行程序和分析。

每种物质的定量限（LOQ）至少为各自MDL的三倍。 与检测相关的MDL不同，定量限（LOQ）指的是某一给定化合物可以准确量化的浓度。

12 测试报告

应提供有关以下几个试验方面的信息：

• 样品；

• 使用的国际标准（包括其出版年份）；

• 结果；

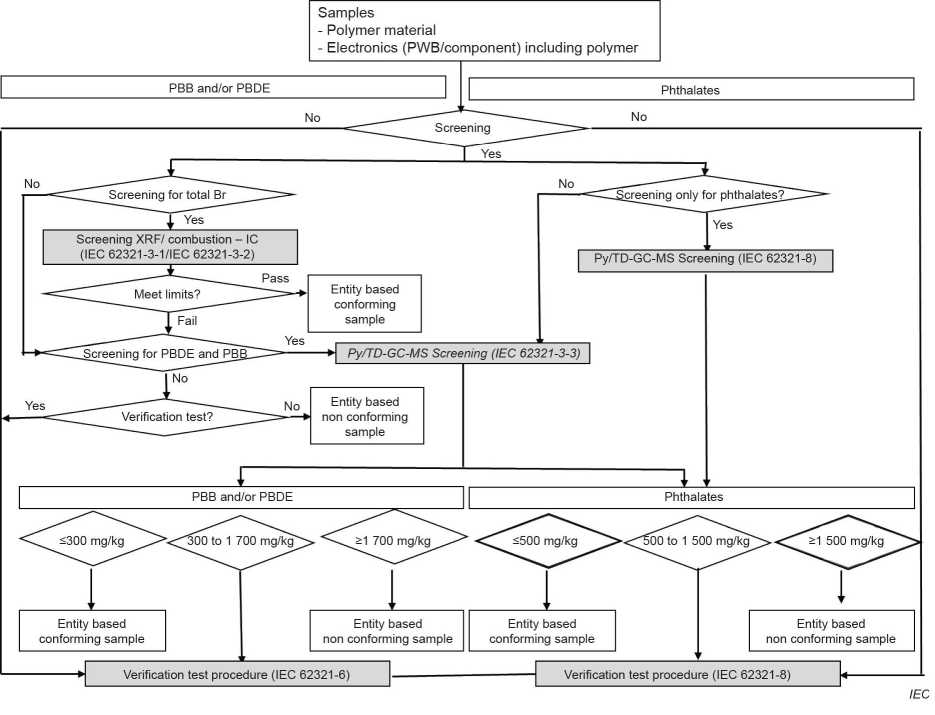
• 偏离程序的情况；

• 观察到的任何异常特征；

• 试验日期。

附录A  
（资料性）  
筛选与验证试验方法流程图

图A.1中给出了一个流程图，举例说明当内部可接受阈值设置为邻苯二甲酸酯浓度1 000 mg/kg（容差：±50 %）、PBB和PBDE浓度1 000 mg/kg（容差：±70 %）时，GB/T 39560.301 [4]、GB/T 39560.302 [5]、GB/T 39560.303、GB/T 39560.6 [6]和GB/T 39560.8 [3]应如何运用到电子电气产品PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯的筛选和验证试验中。



验证试验程序（GB/T 39560.8）

基于实体的不合格样品

验证试验程序（GB/T 39560.6）

基于实体的合格样品

基于实体的不合格样品

基于实体的合格样品

300~1 700 mg/kg

500~1 500 mg/kg

邻苯二甲酸酯

PBB和/或PBDE

Py/TD-GC-MS筛选（GB/T 39560.303）

Py/TD-GC-MS筛选（IEC 62321-8）

只筛选邻苯二甲酸酯？

基于实体的不合格样品

是否执行验证试验？

基于实体的合格样品

筛选PBDE和PBB

是否满足限制条件？

未通过

通过

筛选XRF/燃烧 - 离子色谱（GB/T 39560.301/GB/T 39560.302）

筛选总溴

筛选

是

否

否

否

是

是

是

否

是

否

否

邻苯二甲酸酯

样品

- 聚合物材料

- 内含聚合物的电子件（PWB/组件）

PBB和/或PBDE

是

**图A.1 - PBDE、PBB以及邻苯二甲酸酯的筛选步骤和验证试验步骤流程图**

获得含有聚合物的样品后，决定是否执行筛选程序或验证程序。表A.1中列出了GB/T 39560系列标准中关于PBB、PBDE以及邻苯二甲酸酯的四种筛选方法：GB/T 39560.301、GB/T 39560.302、GB/T 39560.303和GB/T 39560.8。如果采用PBB和PBDE的筛选程序，GB/T 39560.301、GB/T 39560.302和/或GB/T 39560.303适用。其中，GB/T 39560.301和GB/T 39560.302分别规定了基于X射线荧光光谱法（XRF）和燃烧-离子色谱法（C-IC）的总溴测量方法，因此在检测偏高的总溴水平时需要执行额外的验证方法或筛选分析，确认潜在的PBB和/或PBDE化合物或者查明种类具体数量。GB/T 39560.6和GB/T 39560.303可分别用于验证和筛选分析。当执行邻苯二甲酸酯的筛选程序时，可以使用 GB/T 39560.303或GB/T 39560.8。GB/T 39560.303规定了PBB、PBDE和七种邻苯二甲酸酯的同步筛选方法。GB/T 39560.8规定了只适用于七种邻苯二甲酸酯的筛选方法。

注：PBB在IIS试验中并未得到验证，但可以将阈值设定为与PBDE相同的值，因为PBB的物理、化学性质与PBDE

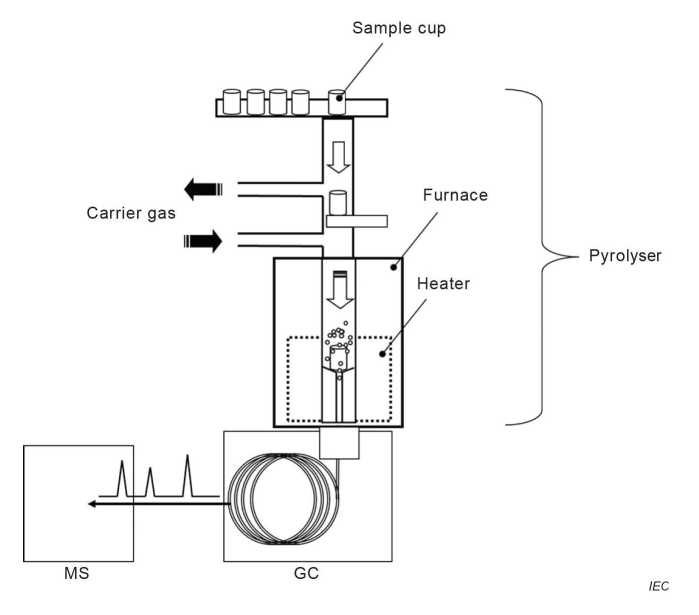
相似。其灵敏度、重复性和回收率处于同一水平。

**表A.1 - GB/T 39560系列中关于邻苯二甲酸酯类、PBB和PBDE的筛选方法**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **GB/T 39560** | **分析物** | **方法** | **注释** |
| 第3-1部分 | 总溴 | XRF | - |
| 第3-2部分 | 总溴 | C-IC | - |
| 第3-3部分 | PBB、PBDE、DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP以及DIDP | Py/TD-GC-MS | 适用于PBB/PBDE和七种邻苯二甲酸酯的同时筛选方法。 |
| 第8部分 | DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP以及DIDP | Py/TD-GC-MS | 适用于七种邻苯二甲酸酯的筛选方法。  验证试验程序也包含在内。 |

附录B  
（资料性）  
Py/TD-GC-MS仪器原理

热裂解器加热样品杯，使得聚合物中的邻苯二甲酸酯、PBB和PBDE蒸发。此时，通过设定一个低于聚合物分解温度的温度，可以选择性地蒸发邻苯二甲酸酯、PBB和PBDE，同时抑制聚合物的分解。然后，借助以恒定流速流向质谱仪（MS）的载气，这些蒸发出的化合物被引入到气相色谱仪（GC）的毛细管柱中。



炉

加热器

热裂解器

载气

样品杯

**符号说明**

MS 质谱仪

GC 气相色谱仪

**图B.1 - Py/TD-GC-MS仪器示例**

附录C  
（资料性）  
其他试验方法

以下试验方法作为用来筛选聚合物中单溴和多溴联苯、单溴和多溴二苯醚以及七种邻苯二甲酸酯（即GB/T 39560.303中规定的目标化合物）的潜在替代试验方法的示例（详见表C.1）。由于IIS不是用这些方法执行的，所以用户应在使用前验证这些方法的等效性。

表C.1 - 其他试验方法

|  |  |
| --- | --- |
| **试验方法** | **参考文献** |
| APCI-MS（大气压化学电离 - 质谱） | [7] |
| IA-MS（离子附着-质谱） | [3]、[6] |
| FT-IR（傅里叶变换 - 红外光谱） | [8] |
| HPLC（高效液相色谱法） | [3] |

附录D  
（资料性）  
市售标准溶液和物质**[[1]](#footnote-0)**

D.1 标准溶液

标准溶液用于测定RRF。

分析过程中要用到的从一溴至十溴联苯 (PBB) 和一溴至十溴二苯醚（PBDE）的所有含溴产品都应包括在校准中。对于某一特定PBB或PBDE（例如五溴二苯醚），其同系物标准品的可用性可能因地区而异。下表D.1列出了已发现适用于GC-MS分析的典型可用校准同系物的示例。

表D.1 - PBB和PBDE的市售标准溶液示例列表

|  |  |
| --- | --- |
| **PBBa** | **化合物名称** |
| BB-003 | 4-溴联苯 |
| BB-015 | 4,4'-二溴联苯 |
| BB-029 | 2,4,5-三溴联苯 |
| BB-049 | 2,2',4,5'-四溴联苯 |
| BB-077 | 3,3',4,4'-四溴联苯 |
| BB-103 | 2,2',4,5',6-五溴联苯 |
| BB-153 | 2,2',4,4',5,5'-六溴联苯 |
| BB-169 | 3,3',4,4',5,5'-六溴联苯 |
| FR-250 | 九溴联苯、八溴联苯（80 %）和七溴联苯的工业混合物 |
| BB-209 | 十溴联苯 |
| **PBDEa** | **化合物名称** |
| BDE-003 | 4-溴联苯醚 |
| BDE-015 | 4,4'-二溴二苯醚 |
| BDE-033 | 2',3,4-三溴二苯醚 |
| BDE-028 | 2,4,4'-三溴二苯醚 |
| BDE-047 | 2,2',4,4'-四溴二苯醚 |
| BDE-099 | 2,2',4,4',5-五溴二苯醚 |
| BDE-100 | 2,2',4,4',6-五溴二苯醚 |
| BDE-153 | 2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚 |
| BDE-154 | 2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚 |
| BDE-183 | 2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚 |
| BDE-203 | 2,2',3,4,4',5,5',6-八溴二苯醚 |
| BDE-206 | 2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴二苯醚 |
| BDE-209 | 十溴二苯醚 |
| a 对PBB和PBDE，采用了Ballschmiter和Zell分类编号。 | |

表D.2举例列出了邻苯二甲酸酯的市售标准溶液。

表D.2 - 邻苯二甲酸酯市售标准溶液示例

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 化合物名称 | CAS编号 | 产品编号 | 制造商 |
| DIBP | 84-69-5 | 43540-100 MG | Fluka |
| DBP | 84-74-2 | 48559 | Sigma-Aldrich |
| BBP | 85-68-7 | 442503 | Sigma-Aldrich |
| DEHP | 117-81-7 | D201154-5ML | Sigma-Aldrich |
| DNOP | 117-84-0 | 48560-U | Sigma-Aldrich |
| DINP | 68515-48-0  28553-12-0 | 376663-1L | Sigma-Aldrich |
| DIDP | 26761-40-0 | 80135-10ML | Sigma-Aldrich |

工业校准混合物也可以用作校准品。已发现下述校准混合物适合用于GC-MS分析：

邻苯二甲酸酯标准溶液III（DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP和DIDP，各自浓度为100 μg/mL，介质为丙酮），产品编号：34109-43，关东化学株式会社（KANTO CHEMICAL CO.， INC.）

D.2 聚合物标准物质

将聚合物标准物质用作替代化合物和质控样品。表D.3列出了适合用于Py/TD-GC-MS分析的PBB/PBDE标准物质。

注：已知十溴二苯醚在某些类型的聚合物中会高度降解。使用PP、PS等降解性较低的材料。

表D.3 - 适用于Py/TD-GC-MS的PBB、PBDE和PS市售标准物质示例清单

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品名称 | 规格 | 制造商 |
| ERM-EC591 | 聚丙烯颗粒，内含2.5 mg/kg～780 mg/kg的三溴、四溴、五溴、六溴、七溴、八溴、十溴二苯醚和740 mg/kg的十溴联苯 | 标准物质与测量研究所 |
| NMIJ CRM 8108-b | 聚苯乙烯圆盘，内含312 mg/kg的十溴二苯醚 | 日本国家计量研究所 |
| NMIJ CRM 8110-a | 聚苯乙烯圆盘，内含886 mg/kg的十溴二苯醚 | 日本国家计量研究所 |
| PS  （附于NMIJ CRM 8108-b和NMIJ CRM 8110-a） | 聚苯乙烯圆盘，不含有分析物和其他那些可能干扰分析的化合物 | 日本国家计量研究所 |

表D.4显示了适用于Py/TD-GC-MS分析的邻苯二甲酸酯标准物质。

表D.4 - 适用于Py/TD-GC-MS的邻苯二甲酸酯市售可用标准物质示例清单

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品名称 | 规格 | 制造商 |
| NMIJ CRM 8152-a | PVC树脂颗粒，内含DBP、BBP、DEHP和DEP（邻苯二甲酸二乙酯）以及DCHP（邻苯二甲酸二环己酯）。鉴于信息价值，DMP（邻苯二甲酸二甲酯）、DIDP、DNOP和DEHA（己二酸二(2-乙基己)酯)也包含在内。 | 日本国家计量研究所 |
| KRISS CRM 113-03-006 | PVC颗粒，内含DBP、BBP、DEHP和DNOP | 韩国标准科学研究院 |
| CRM-PE001 | 聚乙烯颗粒，内含DIDP、DINP、DEHP、BBP、DEP（邻苯二甲酸二乙酯）、DMP（邻苯二甲酸二甲酯）、DBP以及DNOP | 美国SPEX CertiPrep公司 |
| CRM-PVCBLK | 聚氯乙烯，纯度99 % | 美国SPEX CertiPrep公司 |
| SVC-STC-105-5 | PVC粉末 | 美国SPEX CertiPrep公司 |
| SVC-STC-112-5 | 内含DIBP、DBP、DEHP和BBP的PVC粉末，300 mg/kg | 美国SPEX CertiPrep公司 |
| SVC-STC-111-5 | 内含DIBP、DBP、DEHP和BBP的PVC粉末，500 mg/kg | 美国SPEX CertiPrep公司 |
| SVC-STC-93-5 | 内含DIBP、DBP、DEHP和BBP的PVC粉末，1000 mg/kg | 美国SPEX CertiPrep公司 |
| S225-31003-91 | 含有0 mg/kg、100 mg/kg和1 000 mg/kg DIBP、DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP以及DIDP的聚乙烯片材 | 岛津公司 |

图D.1显示了Py/TD-GC-MS标准样品的制备过程。片材类型制备简单，仅使用打孔机来打孔便可制成。使用这些标准物质进行样品制备，无需用到有机溶剂。

|  |  |
| --- | --- |
| C:\Users\sl\AppData\Local\Temp\FineReader12.00\media\image5.jpeg | C:\Users\sl\AppData\Local\Temp\FineReader12.00\media\image6.jpeg |
| a）使用微型打孔机冲孔两次而制成的片材 | b）使用刀具切割而成的颗粒，约为0.5 mg |

图D.1 - 标准物质样品制备

附录E  
（资料性）  
取样程序

E.1 使用切割工具制备样品

使用切割工具将聚合物样品切成小块。宜采用中心部分进行分析，因为边缘部分可能由于邻苯二甲酸酯的迁移和挥发性化合物（如DIBP、DBP或BBP）的损失而受到污染。

注：切割工具包括钳子（一种用于切割样品的手动工具）、微量刮勺、镊子、刀具、锉刀和微型打孔机等。

E.2 使用低温研磨机制备样品

如果样品难以用切割工具进行切割，则使用研磨机。先用液氮冷却样品，然后使用低温研磨机进行研磨，样品尺寸小于0.5 mm。随后，仔细清洁研磨机，清除所有的样品颗粒，以防交叉污染。两次研磨间隔5min。

E.3 准确称量样品

如果通过天平测得的质量变化较大，宜检查称量样品的准确性。表E.1显示了称量相同样品得出的结果。如果标准偏差在平均值的10 %范围以内，可以将平均值作为样品质量。

表E.1 - 称量样本变化示例

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| - | 第1次 | 第2次 | 第3次 | 第4次 | 第5次 | 平均值 | 标准偏差 | RSD |
| (mg) | (mg) | (mg) | (mg) | (mg) | (mg) | (%) |
| 测量值 | 0.45 | 0.44 | 0.43 | 0.44 | 0.44 | 0.44 | 0.007 | 1.607 |

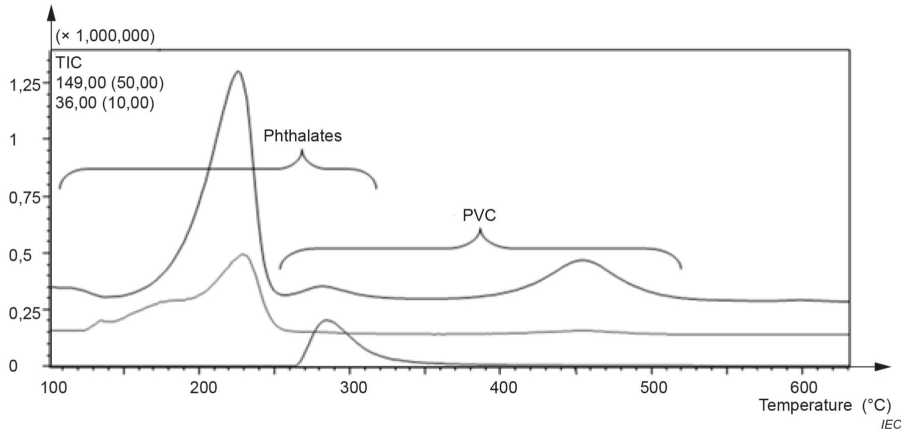
E.4 进样方法

将大约0.5 mg~1.0 mg的玻璃棉放入样品杯中，以确保样品粉末不会溢出。

附录F  
（资料性）  
EGA热脱附区验证

8.3中提到的PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯的热脱附区可能与PVC配方中使用的增塑剂无关。利用逸出气体分析（EGA）的方法，可以轻松确定热脱附区。

图F.1和图F.2显示了运行条件下PVC样品的典型EGA热谱图。



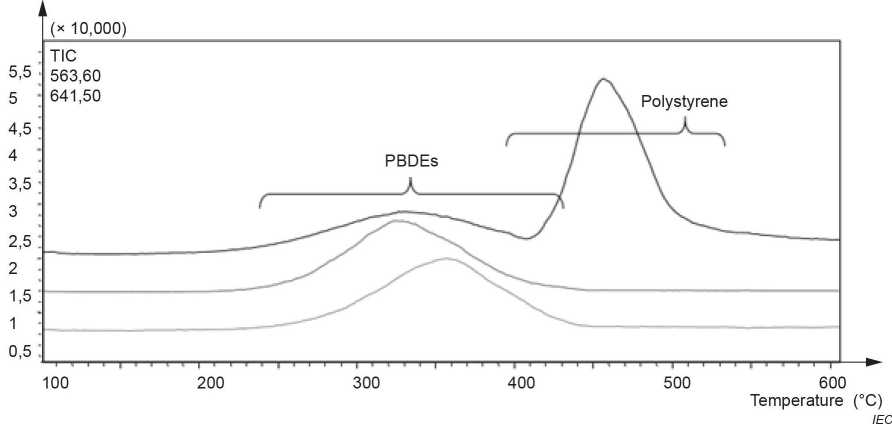
邻苯二甲酸酯

温度（°C）

说明

分析条件：裂解炉温度，100 °C→ 20 °C/min → 700 °C；裂解接口温度，300 °C（手动）；气相色谱柱，去活SS管（长度2.5 m；内径0.25 mm I.D.）；进样口温度，320 °C；柱温箱温度，320 °C；载气，100 kPa（恒压）；分流比，1/50。

图F.1 - 内含邻苯二甲酸酯的PVC样品的EGA热谱图示例



邻苯二甲酸酯

温度（°C）

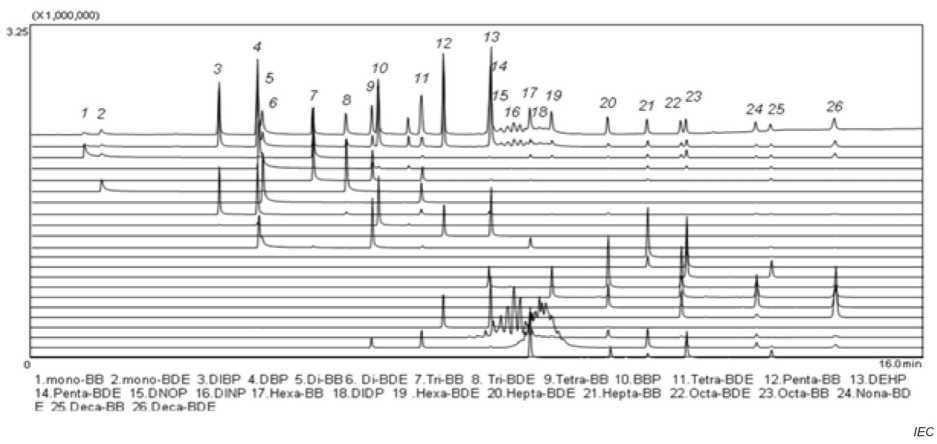
说明

分析条件：裂解炉温度，100 °C → 20 °C/min → 700 °C；裂解接口温度，300 °C（手动）；气相色谱柱，去活SS管（长度2.5 m；内径0.25 mm I.D.）；进样口温度，320 °C；柱箱温度，320 °C；载气，100 kPa（恒压）；分流比，1/50。

图F.2 - 内含PBDE的聚苯乙烯样品的EGA热谱图示例

附录G  
（资料性）  
色谱图示例

使用8.3中描述的参数（详见表 1），通过Py/TD-GC-MS分析获得以下色谱图。



1. 一溴联苯；2. 一溴二苯醚；3. DIBP；4. DEP；5. 二溴联苯；6. 二溴二苯醚；7. 三溴联苯；8. 三溴二苯醚；9. 四溴联苯；10. BBP；11. 四溴二苯醚；12. 五溴联苯；13. DEHP；14. 五溴二苯醚；15. DNOP；16. DINP；17. 六溴联苯；18. DIDP；19. 六溴二苯醚；20. 七溴二苯醚；21. 七溴联苯；22. 八溴二苯醚；23. 八溴联苯；24. 九溴二苯醚；25. 十溴联苯；26. 十溴二苯醚

图G.1 - 通过Py/TD-GC-MS得出的0.1μg PBB、PBDE和邻苯二甲酸酯混合物的总离子流色谱图

附录H  
（资料性）  
RRF示例

表H.1举例列出了使用岛津公司提供的Py/TD-GC-MS系统而确定的相对响应因子[[2]](#footnote-1)。当准确度确认后，这些参数可以应用于不同的GC-MS系统。

表H.1 - 分析物的RRF

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 化合物名称 | 定量离子（m/z） | 响应因子 | 化合物名称 | 定量离子（m/z） | 响应因子 |
| 一溴联苯 | 231.9 | 4.241 | 四溴二苯醚 | 325.8 | 1.922 |
| 二溴联苯 | 311.8 | 2.087 | 五溴二苯醚 | 403.7 | 1.533 |
| 三溴联苯 | 389.8 | 2.712 | 六溴二苯醚 | 483.6 | 1.654 |
| 四溴联苯 | 309.8 | 0.772 | 七溴二苯醚 | 561.6 | 1.171 |
| 五溴联苯 | 387.7 | 0.624 | 八溴二苯醚 | 641.5 | 1.213 |
| 六溴联苯 | 467.6 | 0.628 | 九溴二苯醚 | 719.4 | 1.003 |
| 七溴联苯 | 545.6 | 0.459 | 十溴二苯醚 | 799.3 | 0.718 |
| 八溴联苯 | 625.5 | 0.311 | DIBP | 223 | 0.935 |
| 九溴联苯 | 703.4 | 0.259 | DBP | 223 | 0.782 |
| 十溴联苯 | 783.3 | 0.285 | BBP | 206 | 2.198 |
| 一溴二苯醚 | 247.9 | 3.326 | DNOP | 279 | 1.495 |
| 二溴二苯醚 | 327.8 | 3.417 | DINP | 293 | 1.878 |
| 三溴二苯醚 | 405.8 | 1.684 | DIDP | 307 | 1.901 |
|  | | | DEHP （替代化合物） | 279 | 1.000 |

附录I  
（资料性）  
样品分析序列

表I.1显示了关于Py/TD-GC-MS分析的推荐分析序列。

表I.1 - Py/TD-GC-MS分析的样品分析序列

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 样品 | 目的 | 备注 |
| 1 | 空白样品 | 检查是否有污染和残留 | 参见11.2.2 |
| 2 | 100 mg/kg | 灵敏度检查 | 参见11.2.1 |
| 3 | 替代化合物（DEHP 1000 mg/kg） | 校准 | 参见9.3 |
| 4 | 实际样品1 | - | - |
| 5 | 实际样品2 | - | - |
| - | - | - | - |
| 23 | 实际样品20 | - | - |
| 24 | 替代化合物（DEHP 1000 mg/kg） | 稳定性试验 | 参见11.2.3 |
| 25 | 实际样品21 | - | - |
| 26 | 实际样品22 | - | - |
| 27 | 实际样品23 | - | - |
| 28 | 实际样品24 | - | - |
| 29 | 实际样品25 | - | - |

附录J  
（资料性）  
国际实验室间研究3-3的结果

详见表J.1、表J.2和表J.3。

表J.1 - 邻苯二甲酸酯的统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 参数 | 样品 | μ  mg/kg | ν  mg/kg | *n* | *s(r)*  mg/kg | *r*  mg/kg | *s(R)*  mg/kg | *R*  mg/kg | *P* | 异常值实验室/备注 |
| DIBP | IIS3-3\_1 | 88.1 | 88 | 33 | 6.0 | 16.9 | 20.2 | 56.6 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_2 | 910.9 | 849 | 33 | 41.5 | 116.2 | 175.2 | 490.7 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 2.3 | 0 | 24 | 0.6 | 1.8 | 6.6 | 18.4 | 8 | 0 |
| IIS3-3\_5 | 9.9 | 0 | 30 | 4.1 | 11.6 | 7.6 | 21.3 | 10 | 0 |
| DBP | IIS3-3\_1 | 86.5 | 84 | 30 | 8.0 | 22.3 | 23.6 | 66.0 | 10 | 1 |
| IIS3-3\_2 | 935.8 | 810 | 33 | 43.0 | 120.4 | 116.2 | 325.3 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 3.1 | 0 | 21 | 1.5 | 4.1 | 4.4 | 12.2 | 7 | 1 |
| IIS3-3\_5 | 129.9 | 0 | 27 | 31.2 | 87.4 | 54.4 | 152.3 | 9 | 1 |
| BBP | IIS3-3\_1 | 68.7 | 77 | 33 | 8.3 | 23.1 | 21.3 | 59.7 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_2 | 820.0 | 787 | 33 | 51.3 | 143.7 | 108.5 | 303.8 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.5 | 0 | 24 | 0.4 | 1.1 | 1.5 | 4.1 | 8 | 0 |
| IIS3-3\_5 | 29.7 | 0 | 30 | 5.0 | 13.9 | 13.8 | 38.5 | 10 | 0 |
| DEHP | IIS3-3\_1 | 78.9 | 87 | 27 | 7.6 | 21.4 | 16.4 | 45.8 | 9 | 2 |
| IIS3-3\_2 | 892.8 | 849 | 33 | 48.5 | 135.9 | 100.9 | 282.6 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 6.9 | 0 | 18 | 6.2 | 17.4 | 12.0 | 33.7 | 6 | 2 |
| IIS3-3\_5 | 4700.9 | 3923 | 30 | 747.7 | 2093.4 | 1415.7 | 3964.0 | 10 | 0 |
| DNOP | IIS3-3\_1 | 74.1 | 92 | 33 | 9.4 | 26.3 | 20.2 | 56.6 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_2 | 898.4 | 834 | 33 | 51.4 | 143.9 | 94.1 | 263.4 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 2.0 | 0 | 24 | 2.2 | 6.2 | 4.2 | 11.9 | 8 | 0 |
| IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 27 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 9 | 1 |
| DINP | IIS3-3\_1 | 64.2 | 93 | 28 | 9.9 | 27.8 | 18.3 | 51.4 | 10 | 0a |
| IIS3-3\_2 | 697.3 | 1001 | 33 | 39.5 | 110.7 | 99.7 | 279.2 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 1.0 | 0 | 24 | 2.2 | 6.3 | 3.4 | 9.4 | 8 | 0 |
| IIS3-3\_5 | 78.7 | 0 | 30 | 16.5 | 46.3 | 96.2 | 269.4 | 10 | 0 |
| DIDP | IIS3-3\_1 | 84.8 | 96 | 33 | 13.4 | 37.6 | 24.2 | 67.7 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_2 | 1044.3 | 1086 | 33 | 86.3 | 241.8 | 139.7 | 391.2 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.4 | 0 | 24 | 1.0 | 2.9 | 1.5 | 4.1 | 8 | 0 |
| IIS3-3 5 | 11.0 | 0 | 30 | 4.0 | 11.2 | 13.3 | 37.2 | 10 | 0 |
| 说明  *μ=* 测试性能的一般平均值，单位为毫克每千克，mg/kg ；  *ν=* 预期值，单位为毫克每千克，mg/kg ；  *n =* 计算所用的检测结果数量 ；  *s(r) =* 重复性标准偏差 ；  *r* = 重复性限；  *s(R) =* 再现性标准偏差 ；  *R =* 再现性限；  *p* = 计算所用的实验室数量 。  a 消除两项单一结果。 | | | | | | | | | | |

表J.2 - 多溴联苯的统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 参数 | 样品 | μ | ν | *n* | *s(r)* | *r* | *s(R)* | *R* | *p* | 异常值实验室/备注 |
| mg/kg | mg/kg |  | mg/kg | mg/kg | mg/kg | mg/kg |  |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| PBB总量 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.5 | 0 | 24 | 0.4 | 1.0 | 1.4 | 4.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 一溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 二溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 三溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 四溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.4 | 0 | 24 | 0.2 | 0.6 | 1.0 | 2.9 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 五溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.1 | 0 | 24 | 0.2 | 0.5 | 0.2 | 0.7 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 六溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.1 | 0 | 24 | 0.2 | 0.6 | 0.3 | 0.8 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 七溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 八溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 九溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 十溴联苯 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3 5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
| 说明  *μ=* 测试性能的一般平均值，单位为毫克每千克，mg/kg；  *ν*= 预期值，单位为毫克每千克，mg/kg ；  *n* = 计算所用的检测结果数量 ；  *s (r)* = 重复性标准偏差 ；  *r* = 重复性限；  *s(R) =* 再现性标准偏差；  *R* = 再现性限；  *p* = 计算所用的实验室数量。 | | | | | | | | | | |

表J.3 - 多溴二苯醚的统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 参数 | 样品 | μ | ν | *n* | *s(r)* | *r* | *s(R)* | *R* | *P* | 异常值实验室/备注 |
| mg/kg | mg/kg |  | mg/kg | mg/kg | mg/kg | mg/kg |  |
|  | IIS3-3\_1 | 45.7 | 83 | 18 | 9.4 | 26.2 | 16.5 | 46.2 | 6 | 5 |
| PBDE总量 | IIS3-3\_2 | 929.2 | 884 | 29 | 100.6 | 281.6 | 244.9 | 685.6 | 10 | 1a |
| IIS3-3\_4 | 744.5 | 886 | 17 | 86.8 | 243.0 | 172.9 | 484.1 | 5 | 2a |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 27 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 9 | 1 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 一溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 二溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 三溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 四溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.2 | 0 | 24 | 0.5 | 1.5 | 0.8 | 2.2 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 27 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 9 | 1 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 五溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.6 | 0 | 24 | 0.4 | 1.2 | 1.9 | 5.2 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 六溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.0 | 0.1 | 0.1 | 0.4 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.0 | 0 | 33 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 11 | 0 |
| 七溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 0.0 | 0 | 33 | 0.1 | 0.2 | 0.1 | 0.3 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 0.0 | 0 | 24 | 0.1 | 0.4 | 0.1 | 0.4 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 0.6 | 0 | 33 | 0.8 | 2.1 | 1.5 | 4.1 | 11 | 0 |
| 八溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 3.2 | 0 | 33 | 3.2 | 8.8 | 6.4 | 17.8 | 11 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 4.4 | 0 | 24 | 9.9 | 27.6 | 11.8 | 32.9 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 3.9 | 0 | 33 | 1.4 | 3.8 | 5.6 | 15.6 | 11 | 0 |
| 九溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 15.6 | 0 | 20 | 3.1 | 8.6 | 17.5 | 48.9 | 7 | 4 |
| IIS3-3\_4 | 70.0 | 0 | 24 | 13.5 | 37.9 | 60.1 | 168.4 | 8 | 0 |
|  | IIS3-3\_5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
|  | IIS3-3\_1 | 37.8 | 83 | 18 | 9.4 | 26.3 | 18.9 | 52.9 | 6 | 5 |
| 十溴二苯醚 | IIS3-3\_2 | 879.3 | 884 | 30 | 125.9 | 352.6 | 254.7 | 713.2 | 10 | 0 |
| IIS3-3\_4 | 611.4 | 886 | 21 | 84.7 | 237.0 | 210.9 | 590.4 | 7 | 1 |
|  | IIS3-3 5 | 0.0 | 0 | 30 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 10 | 0 |
| 说明  *μ=* 测试性能的一般平均值，单位为毫克每千克，mg/kg；  *v=* 预期值，单位为毫克每千克，mg/kg；  *n =* 计算所用的检测结果数量；  *s(r) =* 重复性标准偏差；  *r =* 重复性限；  *s(R) =* 再现性标准偏差；  *R =* 再现性限；  *p =* 计算所用的实验室数量。  a 消除了一项额外的结果。 | | | | | | | | | | |

参考文献

[1] GB/T 39560.1-2020 电子电气产品中某些物质的测定——第1部分：介绍和概述

[2] GB/T 39560.2-2020，电子电气产品中某些物质的测定——第2部分：拆解、拆分和机械制样

[3] GB/T 39560.8-2021，电子电气产品中某些物质的测定 - 第 8 部分：通过气相色谱-质谱法

（GC-MS）与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法（Py/TD-GC-MS）测定聚合物中的邻苯二甲酸酯

[4] GB/T 39560.301-2020，电子电气产品中某些物质的测定 - 第3-1部分：X射线荧光光谱法筛

选铅、汞、镉、总铬和总溴

[5] GB/T 39560.302-2020，电子电气产品中某些物质的测定 - 第3-2部分：燃烧-离子色谱法（C-IC）

筛选聚合物和电子件中的氟、溴和氯

[6]GB/T 39560.6-2020，电子电气产品中某些物质的测定 - 第6部分：气相色谱-质谱法（GC-MS）

测定聚合物中的多溴联苯和多溴二苯醚

[7]PAINE, M.R.L., BARKER, P.J., & BLANKSBY, S.J.，Ambient ionisation mass spectrometry

for the characterisation of polymers and polymer additives:A review.Analytica Chimica acta,2014.808,pp.70-82

[8]MONROY, E., WOLFF, N., DUCRUET V., FEIGENBAUM, A.,A FTIR method for the determination

of total specific migration of aromatic plasticizers from poly (vinyl chloride):Analysis,1993,21,pp.221-226

[9] IEC 62321:2008[[3]](#footnote-2), Electrotechnical products - Determination of levels of six regulated

substances (lead, mercury,cadmium,hexavalent chromium,polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)

[10] EN 14372:2004,Child use and care articles - Cutlery and feeding utensils - Safety

requirements and tests

[11] ASTM D 7083 - 04,Standard Practice for Determination of Monomeric Plasticizers in

Poly (Vinyl Chloride) (PVC) by Gas Chromatography,2004

[12] ASTM D 2124 - 99（Reapproved 2011）[[4]](#footnote-3)， Standard Test Method for Analysis of Component

in Poly(Vinyl Chloride) Compounds Using an Infrared Spectrophotometric Technique

[13] Canadian Test Method C-34, Determination of phthalates in polyvinyl chloride consumer

products, December 2006

[14] Certification of the mass fractions of various polybrominated dipheyl ethers (PBDEs),

decabrominated biphenyl and total Br and total Sb in two polymer reference materials,https://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/bitstream/JRC49501/120-2008\_as%20published.pdf

[15] CPSC-CH-C1001-09.1, Standard Operating Procedure for Determination of Phthalates,

March 3,2009

[16] EPA method 1614, Brominated Diphenyl Ethers in Water Soil, Sediment and Tissue by

HRGC/HRMS. Auqust 2007

[17] EPA method 8270D, Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass

spectrometry (GC/MS), February 2007

[18] MARUYAMA,F.,FUJIMAKI,S.,SAKAMOTO,Y., KUDO, Y., MIYAGAWA, H., Screening of phthalates in polymer materials by pyrolysis GC/MS, Anal. Sci.,2015,31,3

[19] ISO/IEC Guide 98 (all parts),Uncertainty of measurement

[20] ISO 3696, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods

[21] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

[22] KIM, J.W., KIM, Y.M.. Moon, H.M.,LEE, M.J.. HOSAKA. A., WATANABE, A., TERAMAE. N. PARK. Y. K.. MYUNG.S. W.Rapid Quantification of N-Methyl-2-pyrrolidone in Polymer Matrices by Thermal Desorption-GC/MS,Anal.Sci.,2017,33

[23] KIM, J. W., KIM, Y.M., Moon, H. M., HOSAKA. A., WATANABE, C., TERAMAE, N., Choe, E.

K., MYUNG.S,W.,Comparative study of thermal desorption and solvent extraction- gaschromatography-mass spectrometric analysis for the quantification of phthalates in polymers, Journal of Chromatography A,2016,1451

[24] KUDO, Y., OBAYASHI, K., YANAGISAWA, H., MARUYAMA. F., FUJIMAKI, S., MIYAGAWA, H.,

NAKAGAWA, K.,Development of a screening method for phthalate esters in polymers using a quantitative database in combination with pyrolyzer/thermal desorption gas chromatography mass spectrometry, Journal of Chromatography A, 2019,1602

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1. 附录D中举例列出了合适的市售产品。这些信息是为了方便本文件的使用者，并不构成本文件对这些产品的认可。 [↑](#footnote-ref-0)
2. 这些信息是为了方便本文件的使用者，并不构成本文件对这些信息的认可。 [↑](#footnote-ref-1)
3. 撤销。 [↑](#footnote-ref-2)
4. 撤销。 [↑](#footnote-ref-3)