

ICS 59.080.01
W 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 18414.1—2006
代替 GB/T 18414.1—2001

2007/013

纺织品 含氯苯酚的测定 第1部分：气相色谱-质谱法

Textiles—Determination of the content of chlorinated phenols—
Part 1: Gas chromatography/mass spectrography



2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布



前 言

GB/T 18414《纺织品 含氯苯酚的测定》包括两个部分：

——第1部分：气相色谱-质谱法；

——第2部分：气相色谱法。

本部分为 GB/T 18414 的第1部分。

本部分代替 GB/T 18414.1—2001《纺织品 五氯苯酚残留量的测定 第1部分：气相色谱-质谱法》。

本部分与 GB/T 18414.1—2001 相比的主要技术内容变化如下：

——对标准名称进行了修改；

——增加了 2,3,5,6-四氯苯酚残留量的测定内容,并可对纺织品中 2,3,5,6-四氯苯酚和五氯苯酚及其盐和酯含量同时一次测定；

——提取剂用量及提取时间作了调整；

——增加了附录 A、附录 B 和附录 D。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本部分由中国纺织工业协会提出。

本部分由全国纺织品标准化技术委员会基础分会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本部分起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、纺织工业标准化研究所。

本部分主要起草人：牟峻、靳颖、曹锡忠、蔡建和、郑宇英、王明泰。

纺织品 含氯苯酚的测定

第1部分:气相色谱-质谱法

警告——使用 GB/T 18414 的本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

GB/T 18414 的本部分规定了采用气相色谱-质量选择检测器(GC-MSD)测定纺织品中含氯苯酚(2,3,5,6-四氯苯酚和五氯苯酚)及其盐和酯的方法。

本部分适用于纺织材料及其产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18414 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

用碳酸钾溶液提取试样,提取液经乙酸酐乙酰化后以正己烷提取,用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC-MSD)测定,采用选择离子检测进行确证,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 正己烷。
- 4.2 乙酸酐。
- 4.3 无水碳酸钾。
- 4.4 无水硫酸钠:650℃灼烧 4 h,冷却后贮于干燥器中备用。
- 4.5 碳酸钾溶液:0.1 mol/L 水溶液,取 13.8 g 无水碳酸钾溶于水中,定容至 1 000 mL。
- 4.6 硫酸钠溶液:20 g/L。
- 4.7 2,3,5,6-四氯苯酚标准品和五氯苯酚标准品:纯度均 $\geq 99\%$,见附录 A。
- 4.8 标准储备溶液:分别准确称取适量的 2,3,5,6-四氯苯酚标准品和五氯苯酚标准品,用碳酸钾溶液配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。
- 4.9 混合标准工作溶液:根据需要用碳酸钾溶液稀释成适用浓度的混合标准工作溶液。

注:标准储备溶液在 0℃~4℃冰箱中保存有效期 6 个月,混合标准工作溶液在 0℃~4℃冰箱中保存有效期 3 个月。

5 仪器与设备

- 5.1 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。
- 5.2 超声波发生器:工作频率 40 kHz。
- 5.3 离心机:4 000 r/min。

5.4 分液漏斗:150 mL。

5.5 锥形瓶:具磨口塞,100 mL。

5.6 离心管:具磨口塞,10 mL。

6 分析步骤

6.1 提取

取代表性样品,将其剪碎至5 mm×5 mm以下,混匀。称取1.0 g(精确至0.01 g)试样,置于100 mL具塞锥形瓶中,加入80 mL碳酸钾溶液,在超声波发生器中提取20 min。将提取液抽滤,残渣再用30 mL碳酸钾溶液超声提取5 min,合并滤液。

6.2 乙酰化

将滤液置于150 mL分液漏斗中,加入2 mL乙酸酐,振摇2 min,准确加入5.0 mL正己烷,再振摇2 min,静置5 min,弃去下层。正己烷相再加入50 mL硫酸钠溶液洗涤,弃去下层。将正己烷相移入10 mL离心管中,加入5 mL硫酸钠溶液,具塞,振摇1 min,以4 000 r/min离心3 min,正己烷相供气相色谱-质谱确证和测定。

6.3 标准工作溶液的制备

准确移取一定体积的适用浓度的标准工作溶液于150 mL分液漏斗中,用碳酸钾溶液稀释至110 mL,加入2 mL乙酸酐,以下按6.2步骤进行。

6.4 测定

6.4.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。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,下面给出的参数证明是可行的。

- a) 色谱柱:DB-17 MS 30 m×0.25 mm×0.1 μm,或相当者;
- b) 色谱柱温度:50°C(2 min) $\xrightarrow{30^\circ\text{C}/\text{min}}$ 220°C(1 min) $\xrightarrow{6^\circ\text{C}/\text{min}}$ 260°C(1 min);
- c) 进样口温度:270°C;
- d) 色谱-质谱接口温度:260°C;
- e) 载气:氦气,纯度≥99.999%,1.4 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 测定方式:选择离子监测方式,参见附录B;
- i) 进样方式:无分流进样,1.2 min后开阀;
- j) 进样量:1 μL。

6.4.2 气相色谱-质谱测定及阳性结果确证

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作液(6.3),按6.4.1的条件,分别对标准工作溶液与样液等体积参插进样测定,标准工作溶液和待测样液中2,3,5,6-四氯苯酚乙酸酯和五氯苯酚乙酸酯的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

注:在上述气相色谱-质谱条件下,2,3,5,6-四氯苯酚乙酸酯和五氯苯酚乙酸酯的气相色谱-质谱图选择离子色谱图参见附录C中图C.1,气相色谱-质谱图参见附录D中图D.1。

如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据附录B中选择离子的种类及其丰度比进行确证。

7 结果计算

试样中含氯苯酚含量式(1)计算,结果表示到小数点后两位:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_i ——试样中含氯苯酚 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A_i ——样液中含氯苯酚乙酸酯 i 的峰面积(或峰高);
- A_{is} ——标准工作液中含氯苯酚乙酸酯 i 的峰面积(或峰高);
- c_i ——标准工作液中含氯苯酚 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——样液体积,单位为毫升(mL);
- m ——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

8 测定低限、回收率和精密度

8.1 测定低限

本方法的测定低限 2,3,5,6-四氯苯酚和五氯苯酚均为 0.05 mg/kg。

8.2 回收率

2,3,5,6-四氯苯酚和五氯苯酚在 0.05 mg/kg~2.00 mg/kg 时,回收率为 85%~110%。

8.3 精密度

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。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
含氯苯酚种类表

表 A.1

序号	名称	英文名称	化学文摘编号 (CAS No.)	化学分子式	相对分子 质量
1	2,3,5,6-四氯苯酚	2,3,5,6-Tetrachlorophenol	935-95-5	C ₆ H ₂ Cl ₄ O	229.89
2	五氯苯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	C ₆ HCl ₅ O	263.85

附录 B
(资料性附录)
含氯苯酚乙酸酯定量和定性选择离子表

表 B.1

序号	名称	化学文摘编号 (CAS No.)	保留时间/ min	特征碎片离子/amu	
				定量	定性
1	2,3,5,6-四氯苯酚乙酸酯	61925-90-4	8.815	232	230, 234, 272
				丰度比(100 : 77 : 50 : 23)	
2	五氯苯酚乙酸酯	1441-02-7	10.038	266	264, 268, 308
				丰度比(100 : 62 : 64 : 14)	

附录 C
(资料性附录)
含氯苯酚乙酸酯标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图(GC-MSD)

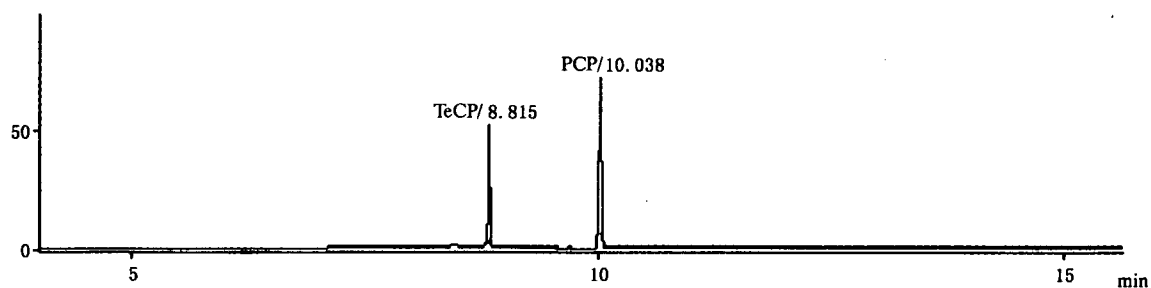


图 C.1 含氯苯酚乙酸酯标准物的气相色谱-质谱选择离子色谱图(GC-MSD)

附录 D
(资料性附录)
气相色谱-质谱图

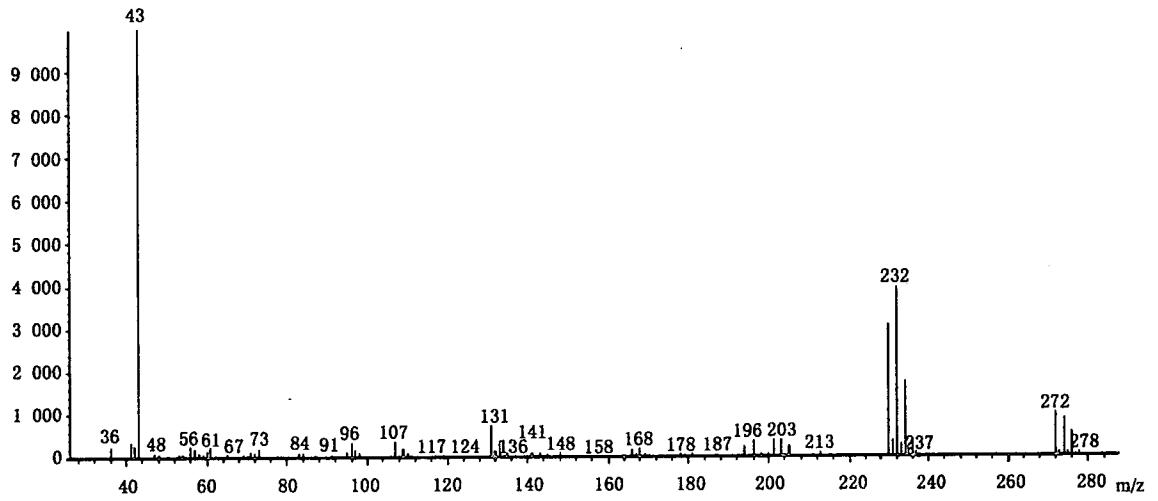


图 D.1 2,3,5,6-四氟苯酚乙酸酯标准物的气相色谱-质谱图

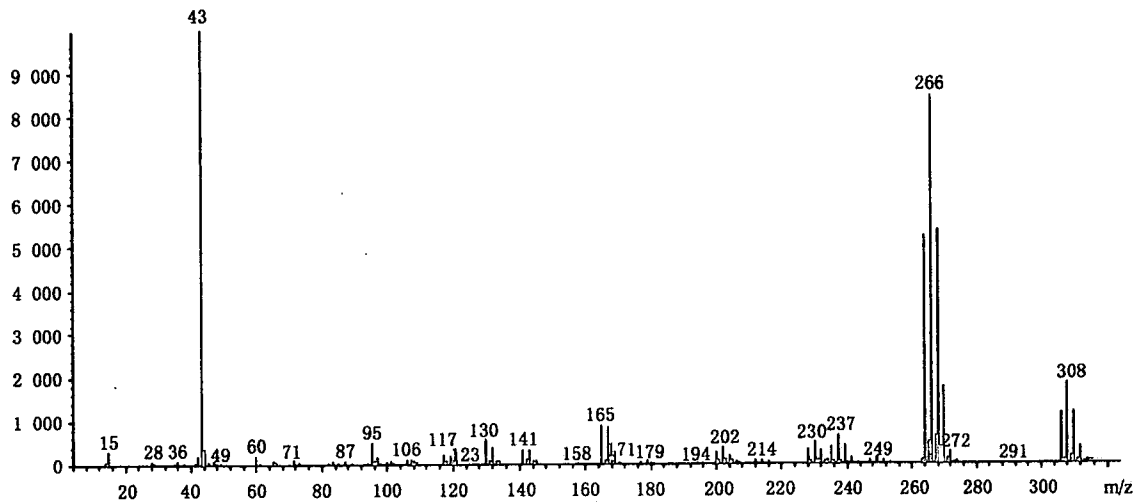


图 D.2 五氟苯酚乙酸酯标准物的气相色谱-质谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织品 含氯苯酚的测定
第 1 部分：气相色谱-质谱法
GB/T 18414.1—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

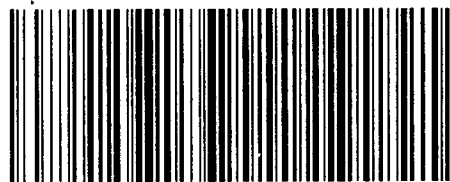
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2006 年 12 月第一版 2006 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-28466 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 18414.1—2006