



中华人民共和国国家标准

GB/T 20384—2006

纺织品 氯化苯和氯化甲苯残留量的测定

Textiles—Determination of the residual chlorobenzenes and chlorinated toluenes

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准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。

本标准起草单位:天祥集团(Intertek Testing Services)、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:王建平、郑宇英、冯可儿、陈志坚、洪晨跃、苏红伟。

纺织品 氯化苯和氯化甲苯残留量的测定

警告——使用本标准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

本标准规定了采用气相色谱-质谱检测器法(GC/MS)检测纺织产品上氯化苯和氯化甲苯(见附录A)残留量的方法。

本标准适用于纺织产品。

2 原理

用二氯甲烷在超声波浴中萃取试样上可能残留的氯化苯和氯化甲苯,采用气相色谱-质谱检测器法(GC/MS)对萃取物进行定性、定量测定。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。

3.1 二氯甲烷。

3.2 氯化苯和氯化甲苯标准溶液的制备

3.2.1 标准储备溶液(2 000 mg/L)

用附录A所列的标准物质配制每种物质浓度为2 000 mg/L的二氯甲烷标准储备溶液,有效期一年。

3.2.2 标准中间溶液A(80 mg/L)

分别移取10 mL浓度为2 000 mg/L的各种物质的标准储备溶液于250 mL容量瓶中,用二氯甲烷定容,每三个月配制一次。

3.2.3 标准中间溶液B(10 mg/L)

移取25 mL浓度为80 mg/L的标准中间溶液A于200 mL容量瓶中,用二氯甲烷定容,每三个月配制一次。

3.2.4 标准工作溶液(0.1 mg/L)

移取1 mL浓度为10 mg/L的中间标准溶液B于100 mL容量瓶中,用二氯甲烷定容,每月配制一次。

注:所有标准溶液均需在4℃下避光保存,可根据需要配制成其他合适的浓度。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有质量分析检测器(GC/MSD)。

4.2 超声波发生器:工作频率40 kHz。

4.3 提取器:由硬质玻璃制成,管状,具塞。如50 mL带旋盖的玻璃试管。

4.4 0.45 μm聚四氟乙烯薄膜过滤头。

5 分析步骤

5.1 样品的制备和萃取

从实验室样品中取10 g有代表性的试样,剪碎至5 mm×5 mm以下,混匀。从混合试样中称取

2 g,精确至 0.01 g,置于提取器中。往提取器中准确加入 10 mL 二氯甲烷,置于超声波浴中萃取 20 min。用 0.45 μm 聚四氟乙烯薄膜过滤头将萃取液注射过滤至小样品瓶中,供 GC/MS 分析。

5.2 GC/MS 分析

5.2.1 GC/MS 分析条件

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

- 色谱柱:DB-5MS,30 m×0.25 mm×0.25 μm 或相当者;
- 进样口温度:220℃;
- 质谱检测器:EI 离子源,SIM 方式;
- 质谱检测器接口温度:280℃;
- 柱温:40℃(5 min)20℃/min 180℃(3 min)30℃/min270℃(10 min);
- 载气:氮气(纯度≥99.999%),流量 1 mL/min;
- 进样体积:1 μL;
- 进样方式:无分流进样。

5.2.2 GC/MS 分析

分别取试样溶液、标准工作溶液和标准内控溶液进样测定,通过比较试样与标样色谱峰的保留时间和质谱选择离子进行定性,以外标法定量。

采用上述分析条件时,附录 A 所列氯化苯和氯化甲苯标样的 GC/MS 定性选择特征离子、总离子流图和相对保留时间见附录 A 和附录 B。

6 结果计算

6.1 试样中各种氯化苯或氯化甲苯的含量按式(1)计算,结果保留小数点后两位:

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

式中:

- X_i ——试样中氯化苯或氯化甲苯 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A_i ——样液中氯化苯或氯化甲苯 i 的峰面积(或峰高);
- A_{is} ——标准工作液中氯化苯或氯化甲苯 i 的峰面积(或峰高);
- c_i ——标准工作液中氯化苯或氯化甲苯 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试样萃取液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样量,单位为克(g)。

6.2 测定结果以各种氯化苯或氯化甲苯的总和表示,结果保留小数点后两位。

7 测定低限、回收率和精密度

7.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.05 mg/kg。

7.2 回收率

采用标准加入法,分别将 10 μL 和 100 μL、浓度为 10 mg/L 的标准溶液加到 2 g 纺织品色牢度试验用的聚酯标准贴衬织物上,按第 5 章操作,测得的回收率为 85%以上。

7.3 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。

8 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 采用的仪器和标准；
- c) 试验结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)

氯化苯和氯化甲苯标样的 GC/MS 定性选择特征离子

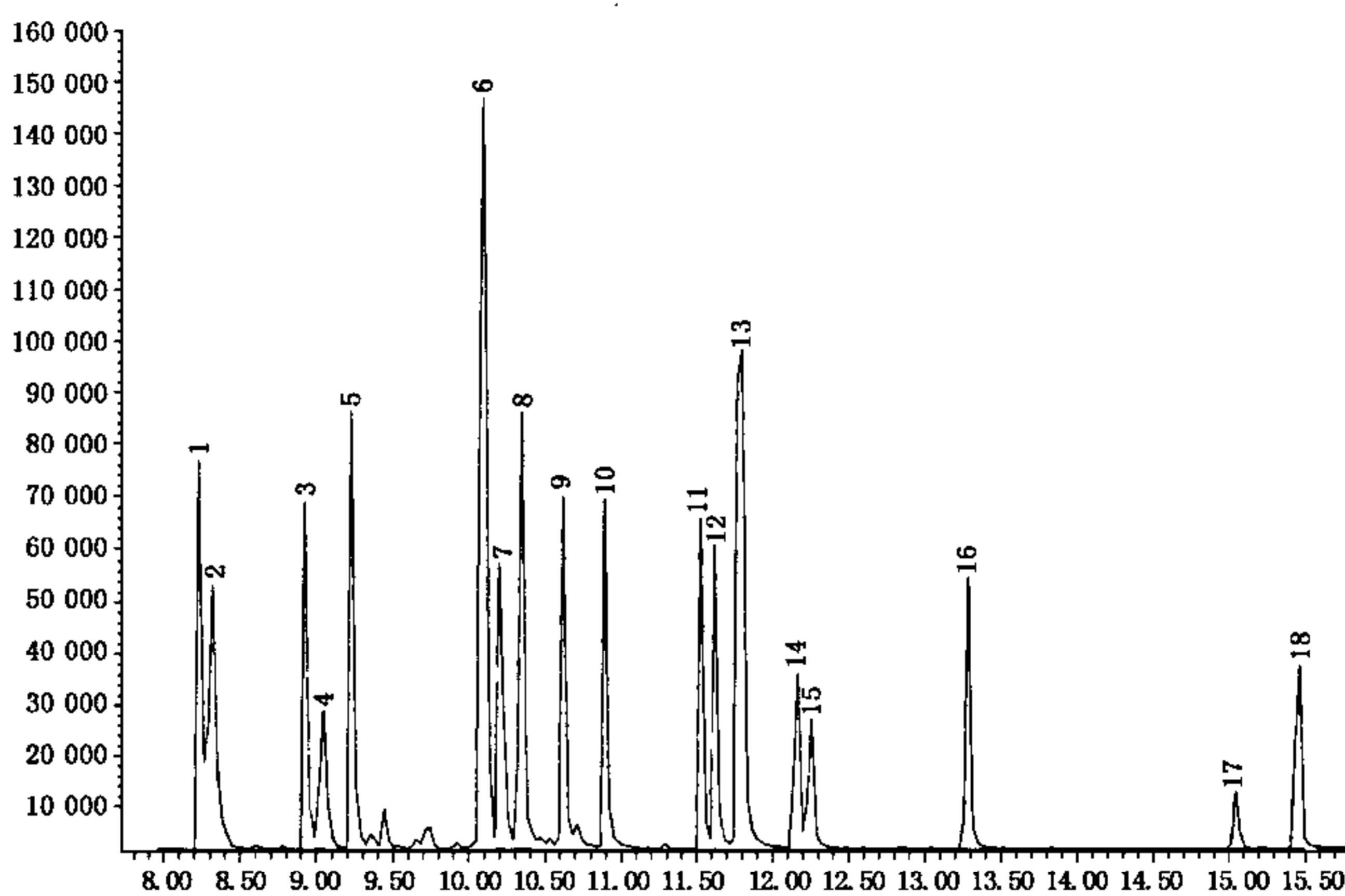
表 A.1 氯化苯和氯化甲苯标样的 GC/MS 定性选择特征离子

序号	氯化苯或氯化甲苯名称	化学文摘编号 (CAS No.)	特征碎片离子/amu	
			目标离子	特征离子
1	2-氯甲苯	95-49-8	91	126,63
2	3-氯甲苯	108-41-8	91	126,63
3	4-氯甲苯	106-43-4	91	126,63
4	2,3-二氯甲苯	32768-54-0	125	160,89
5	2,4-二氯甲苯	95-73-8	125	160,89
6	2,5-二氯甲苯	19398-61-9	125	160,89
7	2,6-二氯甲苯	118-69-4	125	160,89
8	3,4-二氯甲苯	95-75-0	125	160,89
9	2,3,6-三氯甲苯	2077-46-5	159	194,123
10	2,4,5-三氯甲苯	6639-30-1	159	194,123
11	四氯甲苯	5216-25-1	193	195,123
12	2,3,4,5,6-五氯甲苯	877-11-2	229	264,193
13	1,2-二氯苯	95-50-1	146	148,111
14	1,3-二氯苯	541-73-1	146	148,111
15	1,4-二氯苯	106-46-7	146	148,111
16	1,2,3-三氯苯	87-61-6	180	182,145
17	1,2,4-三氯苯	120-82-1	180	182,145
18	1,3,5-三氯苯	108-70-3	180	182,145
19	1,2,3,4-四氯苯	634-66-2	216	214,218
20	1,2,3,5-四氯苯	364-90-2	216	214,218
21	1,2,4,5-四氯苯	95-94-3	216	214,218
22	五氯苯	608-93-5	250	252,215
23	六氯苯	118-74-1	284	286,282

附录 B

(资料性附录)

氯化苯和氯化甲苯标样的 GC/MS 总离子流图



- 1——2-氯甲苯、3-氯甲苯(8.23 min);
 2——4-氯甲苯(8.32 min);
 3——1,3-二氯苯(8.92 min);
 4——1,4-二氯苯(9.06 min);
 5——1,2-二氯苯(9.24 min);
 6——2,4-二氯甲苯、2,5-二氯甲苯、2,6-二氯甲苯(10.11 min);
 7——1,3,5-三氯苯(10.23 min);
 8——3,4-二氯甲苯、2,3-二氯甲苯(10.35 min);
 9——1,2,4-三氯苯(10.63 min);
 10——1,2,3-三氯苯(10.89 min);
 11——2,4,5-三氯甲苯(11.53 min);
 12——2,3,6-三氯甲苯(11.63 min);
 13——1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯(11.81 min);
 14——1,2,3,4-四氯苯(12.17 min);
 15——四氯甲苯(12.26 min);
 16——五氯苯(13.30 min);
 17——2,3,4,5,6-五氯甲苯(15.06 min);
 18——六氯苯(15.47 min)。

图 B.1 氯化苯和氯化甲苯标样的 GC/MS 总离子流图