



中华人民共和国国家标准

GB/T 32613—2016

涂改类文具中氯代烃的测定 气相色谱法

Determination of chlorhydrocarbon in correction stationery—
Gas chromatographic method

2016-04-25 发布

2016-11-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国文具标准化技术委员会(SAC/TC 514)归口。

本标准主要起草单位:国家文教用品质量监督检验中心(宁波市产品质量监督检验研究院)、温州爱好笔业有限公司、青岛亚坦文具有限公司。

本标准参与起草单位:中国文教体育用品协会化工文具专业委员会、国家轻工文体用品检测中心、宁波文具行业协会、宁波小雪人文具有限公司、宁波松鹤文具有限公司、上海晨光文具股份有限公司、广东金万年文具有限公司。

本标准主要起草人:王全林、孙建强、马萍、何海霞、周伟、宫作新、屠尖兵、陈熊飞、陈义军、周田忠。

涂改类文具中氯代烃的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱法测定涂改类文具中氯代烃含量的方法。这些氯代烃包括：二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷、三氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、四氯化碳、三氯乙烯以及其他类型的氯代烃。

本标准适用于各种涂改类文具(修正液、修正笔、修正带)及涂改类文具用原材料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品经制备成测试样后,注入气相色谱仪中,二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷、三氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、四氯化碳、三氯乙烯等在毛细管色谱柱中与共存物质完全分离后,用电子捕获检测器或质量检测器测定,以内标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 载气

氮气或氦气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.2 辅助气体(隔垫吹扫和尾吹气)

与载气具有相同性质的氮气。

4.3 内标物

试样中不存在的化合物,且该化合物能够与色谱图上其他成分完全分离。纯度至少为 99%(质量分数)或已知浓度。例如:溴丙烷等。

4.4 校准化合物

用于校正的化合物,如二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷、三氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、四氯化碳、三氯乙烯等;纯度至少为 99%(质量分数)或已知浓度。

4.5 稀释溶剂

用于稀释试样的溶剂,不含有任何干扰测试的物质。纯度至少为 99%(质量分数)或已知浓度。如

甲醇、乙腈等(适合于水基型);乙酸乙酯、正己烷、四氢呋喃等(适合于溶剂型)。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪

气相色谱仪具有如下配置:

- a) 分流装置的进样口,并且汽化室内衬可更换。
- b) 程序升温控制器。

5.2 检测器

可以使用下列两种中的任意一种:

- a) 电子捕获检测器(ECD);
- b) 质量检测器(MSD)。

5.3 色谱柱

应能有效分离被测化合物。如(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱;或相当者。

5.4 进样器

容量至少为进样量的两倍。

5.5 样品瓶

带有可密封瓶盖的,满足 10 mL 定容需求的玻璃瓶。

5.6 天平

精度 0.1 mg。

6 样品制备

6.1 修正液

将受试产品的代表性样品振摇均匀后,其中所含用于涂改的液体作为待测样品。

6.2 修正笔

将受试产品的代表性样品进行快速拆分,将其中用于涂改的液体取出置于样品瓶(5.5),并用瓶盖密封作为待测样品。若一支修正笔中所含涂改液不够平行两次的测试时,可取多支修正笔中的涂改液于样品瓶中(5.5),用瓶盖密封并振荡混合均匀后作为待测样品。

6.3 修正带

弃掉受试产品代表性样品一定量外层带体后,用干净的取样刀快速刮取其涂改膜置于样品瓶(5.5),并用瓶盖密封作为待测样品。若一卷修正带上所取得涂改膜不够平行两次的测试时,可取多卷修正带中的涂改膜于样品瓶中(5.5),用瓶盖密封并混合均匀后作为待测样品。

7 气相色谱测试条件

气相色谱测试条件如下:

- a) 色谱柱:(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱,30 m×0.53 mm×2.0 μm;或相当者;
- b) 进样口温度:250 ℃;
- c) 柱温:初始温度 40 ℃保持 9 min,然后以 10 ℃/min 升至 150 ℃保持 2 min,然后以 50 ℃/min 升至 250 ℃保持 5 min;
- d) 检测器温度:300 ℃;
- e) 载气流速:3.0 mL/min;
- f) 分流比:分流进样,分流比可调。

注:也可根据所用气相色谱仪的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

8 测试步骤

8.1 平行测定

所有试验进行二次平行测定。

8.2 色谱仪参数的优化

按第 7 章给出的参考色谱条件,每次都应使用已知的校准化合物对其进行最优化处理,使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。进样量和分流比应相匹配,以免超出色谱柱容量,并在仪器检测器的线性范围内。

8.3 样品的定性分析

8.3.1 按 8.2 所示使仪器参数最优化。

8.3.2 称取约 2 g 制备的待测样品(6.1~6.3)于样品瓶(5.5)中,用适量的稀释剂(4.5)稀释样品,定容至 10 mL 并混合均匀后用进样器(5.4)将适量的试液(水基型 1.0 μL,溶剂型 0.2 μL)注入色谱仪。若采用电子捕获检测器(ECD)定性,可在相同条件下将校准溶液(4.4)注入色谱仪,以保留时间定性;若采用质量检测器(MSD)定性,则可利用质谱图与标准谱库检索对照的方式定性。在条件允许时,优先选用的方法是气相色谱仪与质量检测器联用(GC-MS)。

8.4 校准

8.4.1 校准样品的配制:

分别称取一定量(精确到 0.1 mg)在 8.3 中鉴定出的各种被测化合物的校准化合物于样品瓶(5.5)中,称取的质量与待测样品中所含的各种被测化合物的含量应在同一数量级,再称取与待测化合物同一数量级的内标物(4.3)于同一样品瓶中,用稀释溶剂(4.5)稀释混合物(其稀释浓度应在仪器检测器线性范围内,若超出应加大稀释倍数或逐级多次稀释),定容至 10 mL 后密封样品瓶并摇匀。

8.4.2 相对校正因子的测试:

在与测试试样相同的色谱条件下按 8.2 的规定优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图(如附录 A 所示)。

按式(1)计算每种被测化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;

m_{ci} ——校正混合物中被测化合物 i 的质量,单位为克(g);

m_{is} ——校正混合物中内标物的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积;

A_{ci} ——被测化合物 i 的峰面积。

相对偏差小于 5%,结果保留三位有效数字。

8.5 试样的定量测试

8.5.1 试液配制:称取约 2.0 g(6.1~6.3)的待测样品(准确至 0.1 mg)置于样品瓶中(5.5),加入与被测物质量同一数量级的内标物(4.3),用适量稀释溶剂(4.5)稀释试样,定容至 10 mL 后密封试样瓶并混合均匀。

8.5.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

8.5.3 将适量(水基型 1.0 μL ;溶剂型 0.2 μL)按 8.5.1 配制好的试液注入气相色谱仪中,记录色谱图并记录被测化合物的峰面积。

8.6 结果计算

按式(2)计算每种被测氯代烃的含量。

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——试样中被测化合物 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;

m_{is} ——内标物的质量,单位为克(g);

m_s ——测试试样的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积;

A_i ——被测化合物 i 的峰面积。

9 检出限

当称样量为 2 g,按本标准要求,常见 8 种氯代烃的测定方法检出限为:二氯甲烷 2.5 mg/kg、1,2-二氯乙烷 2.5 mg/kg、1,1-二氯乙烷 5 mg/kg、1,1,1-三氯乙烷 0.025 mg/kg、1,1,2-三氯乙烷 0.5 mg/kg、三氯甲烷 0.05 mg/kg、三氯乙烯 0.1 mg/kg、四氯化碳 0.01 mg/kg。

10 精密度

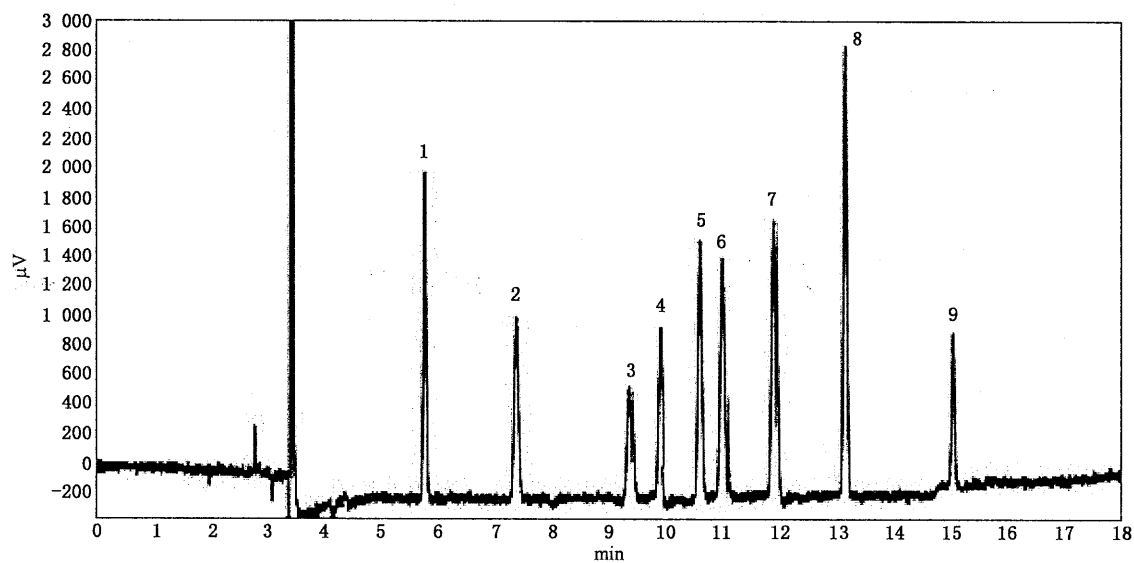
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附录 A

(资料性附录)

8 种常见氯代烃标准品及内标物的气相色谱图

8 种常见氯代烃标准品及内标物的气相色谱图如图 A.1 所示。



说明:

- 1——二氯甲烷;
- 2——1,1-二氯乙烷;
- 3——三氯甲烷;
- 4——1-溴丙烷(内标物);
- 5——1,2-二氯乙烷;
- 6——1,1,1-三氯乙烷;
- 7——四氯化碳;
- 8——三氯乙烯;
- 9——1,1,2-三氯乙烷。

图 A.1 8 种常见氯代烃标准品及内标物的气相色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
涂改类文具中氯代烃的测定 气相色谱法
GB/T 32613—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

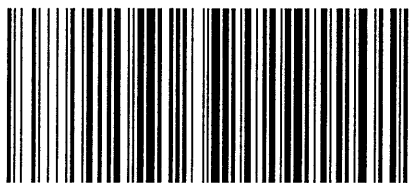
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2016年5月第一版 2016年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-54033 定价 16.00 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)68510107



GB/T 32613-2016