



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 40263—2021

---

## 纺织品 短链氯化石蜡的测定

Textiles—Determination of short chain chlorinated paraffins

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本文件起草单位：长春海关技术中心、中纺标检验认证股份有限公司、安徽京威纺织服饰有限公司、浙江辰鸿纺织品科技股份有限公司、浙江金三发卫生材料科技有限公司、晋江中纺标检测有限公司、深圳市贝格曼纺织品有限公司、杭州希睿迪科技有限公司、东莞市惟思德科技发展有限公司。

本文件主要起草人：胡婷婷、王岸英、赵巍巍、李爱军、斯颖、王松、史晓丽、陈克勇、朱小华、刘妍希、章文福。



## 纺织品 短链氯化石蜡的测定

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

本文件规定了采用气相色谱-串联质谱测定法测定纺织品中短链氯化石蜡( $C_{10}$ - $C_{13}$ )的方法。  
本文件适用于各类纺织产品。

### 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

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

将试样加入正己烷-丙酮溶液中经超声波萃取,萃取液再依次经过石墨化碳黑固相萃取柱和硅胶固相萃取柱净化后,进行浓缩、定容,采用气相色谱-串联质谱仪(GC-MS/MS)测定,外标法定量。

### 5 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

- 5.1 正己烷,萃取及净化时使用分析纯试剂,定容时使用色谱纯试剂。
- 5.2 丙酮。
- 5.3 二氯甲烷。
- 5.4 萃取溶剂:正己烷(5.1)与丙酮(5.2)以1:2的体积比混匀。
- 5.5 洗脱溶剂:正己烷(5.1)与二氯甲烷(5.3)以1:2的体积比混匀。
- 5.6 石墨化碳黑固相萃取柱:500 mg,6 mL。使用前用5 mL正己烷(5.1)活化,弃去流出液。
- 5.7 硅胶固相萃取柱:500 mg,3 mL。使用前用5 mL正己烷(5.1)活化,弃去流出液。
- 5.8 短链氯化石蜡( $C_{10}$ - $C_{13}$ )标准品:100  $\mu$ g/mL,平均含氯分别为51.5%,55.5%和63%。
- 5.9 短链氯化石蜡( $C_{10}$ - $C_{13}$ )标准工作溶液:分别取不同氯含量的短链氯化石蜡标准品(5.8)各1 mL混合在一起,此时混合标准溶液中短链氯化石蜡的总浓度是100  $\mu$ g/mL,再以正己烷(5.1)为溶剂稀释得到系列标准工作溶液,现用现配。
- 5.10 定性滤纸:直径10 cm。
- 5.11 锥形瓶:250 mL。
- 5.12 梨形瓶:250 mL。
- 5.13 玻璃管:25 mL。

## 6 仪器

- 6.1 气相色谱-串联质谱仪:配有电子轰击电离源(EI)。
- 6.2 天平:感量为 0.01 g。
- 6.3 超声波仪:40 kHz。
- 6.4 旋转蒸发仪:配有水浴加热装置,温度 35 ℃。
- 6.5 氮吹仪:配有水浴加热装置,温度 40 ℃。

## 7 试样制备

取有代表性试样,剪成小于 5 mm×5 mm 片状,混合均匀。

## 8 测定步骤

### 8.1 萃取

称取按第 7 章制备的试样约 1 g(精确至 0.01 g),置于 250 mL 锥形瓶(5.11)中,再加入 20 mL 萃取溶剂(5.4),在室温条件下超声提取 30 min,滤液经定性滤纸(5.10)过滤,分别用 10 mL 的萃取溶剂对残余样品和滤纸进行 3 次洗涤,合并以上滤液于梨形瓶(5.12)中,于 35 ℃ 水浴中旋转蒸发至近干,用 2 mL 正己烷(5.1)溶解,待净化。

### 8.2 净化

将 8.1 中所得的萃取液完全转移到活化好的石墨化碳黑固相萃取柱(5.6)上,再用 8 mL 正己烷(5.1)分两次洗涤梨形瓶,每次 4 mL,洗涤液转移至固相萃取柱上,得到的流出液再经过活化的硅胶固相萃取柱(5.7),弃去流出液,用 15 mL 洗脱溶剂(5.5)洗脱,收集洗脱液于玻璃管(5.13)中,于 40 ℃ 水浴中氮气吹至近干,用正己烷定容至 1 mL,供 GC-MS/MS 检测。

### 8.3 气相色谱-串联质谱测定

#### 8.3.1 气相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,不可能给出气相色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱:DB-5 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或相当者;
- b) 柱温:90 ℃ 保持 1 min,以 25 ℃/min 速率升温到 150 ℃,再以 8 ℃/min 的速率升温到 300 ℃,保持 15 min;
- c) 进样口温度:300 ℃;
- d) 进样量:1 μL,不分流,1.0 min 后开阀;
- e) 载气:氮气;
- f) 流速:1.0 mL/min。

#### 8.3.2 质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,不可能给出质谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 离子源温度:310 ℃;
- b) 传输线温度:300 ℃;
- c) 四级杆温度:150 ℃;
- d) 监测方式:选择反应监测(SRM);
- e) 溶剂延迟时间:4 min;
- f) 选择离子:如表 1 所示。

表 1 定性和定量分析选择母离子、子离子和碰撞能量

化合物	母离子( $m/z$ )	子离子( $m/z$ )	碰撞能量/eV
短链氯化石蜡( $C_{10} \sim C_{13}$ )	89.0	53.1 <sup>a</sup>	10
	115.0	79.0	15
	103.0	67.1	10
	103.0	74.9	10
	91.0	65.0	15
<sup>a</sup> 定量离子。			

#### 8.4 定性测定

在相同实验条件下,样液与标准工作液(5.9)中待测物质的色谱峰相对保留时间在 2.5% 以内,并且在扣除背景后的样品色谱峰中,所选择的离子对均应出现,同时与标准溶液的相对丰度允许偏差不超过表 2 规定的范围,则可判断样品中存在对应的被测物。标准物质色谱图参见附录 A。

注:由于待测试样中可能含有中链氯化石蜡而引起待测试样目标峰重叠现象发生,此时待测试样目标峰积分截止时间点与对应标准样品目标峰结束时间点为准。

表 2 气相色谱-串联质谱定性相对离子丰度最大允许误差

相对离子丰度	$\geq 50\%$	$>20\% \sim 50\%$	$>10\% \sim 20\%$	$\leq 10\%$
允许的相对偏差	$\pm 10\%$	$\pm 15\%$	$\pm 20\%$	$\pm 50\%$

#### 8.5 定量测定

根据样液中被测物质的含量,选定浓度相近的混合标准工作溶液。混合标准工作溶液和待测样液中短链氯化石蜡的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶液与样液等体积分组时段参插进样测定。以 89.0/53.1 的特征峰进行定量分析,外标法定量。

#### 8.6 空白试验

在不加试样的情况下,按 8.1 ~ 8.5 操作步骤进行试验。

### 9 结果计算和表述

用色谱数据处理机或用标准曲线,按公式(1)计算试样中短链氯化石蜡含量,以质量分数表示,计算结果保留至小数点后一位。

$$X_i = \frac{(A_i - A_0) \times c_i \times V \times 1\,000}{A_{is} \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_i$  ——试样中短链氯化石蜡的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$A_i$  ——样液中短链氯化石蜡的峰面积；

$A_0$  ——空白样液中短链氯化石蜡的峰面积；

$A_{is}$  ——标准工作液中短链氯化石蜡的峰面积；

$c_i$  ——标准工作液中短链氯化石蜡的质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$  ——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；

$m$  ——试样质量，单位为克(g)。

## 10 定量限、精密度

### 10.1 定量限

本方法对纺织品中短链氯化石蜡的定量限为 20.0 mg/kg。

### 10.2 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 15%。

## 11 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 样品描述；
- c) 试验结果；
- d) 与规定程序的任何偏离；
- e) 试验日期。



附录 A  
(资料性)  
短链氯化石蜡标准物色谱图

短链氯化石蜡标准物色谱图见图 A.1、图 A.2。

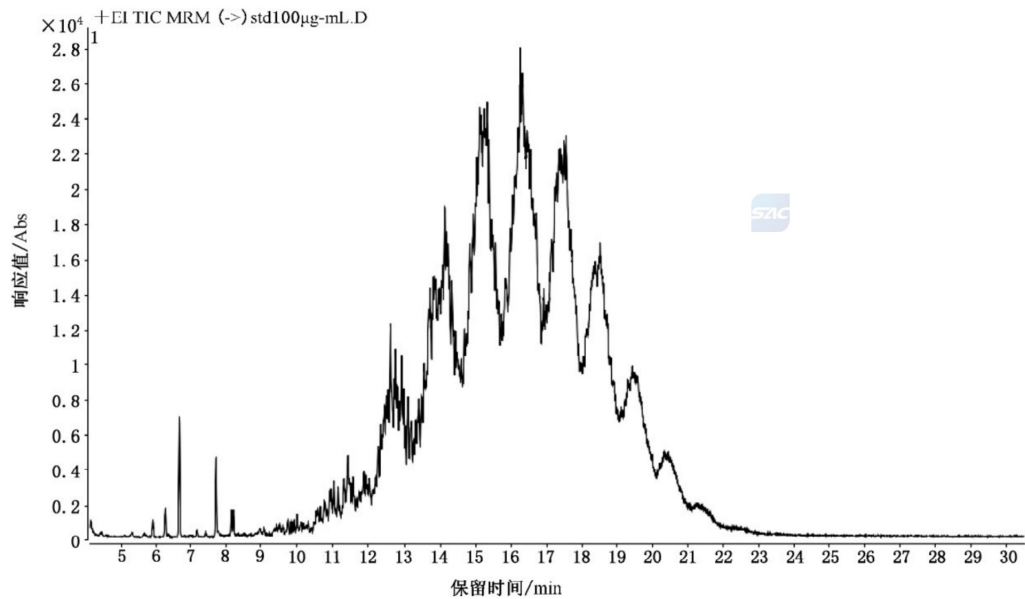


图 A.1 按 5.9 方法配置混合短链氯化石蜡标准溶液的总离子色谱图

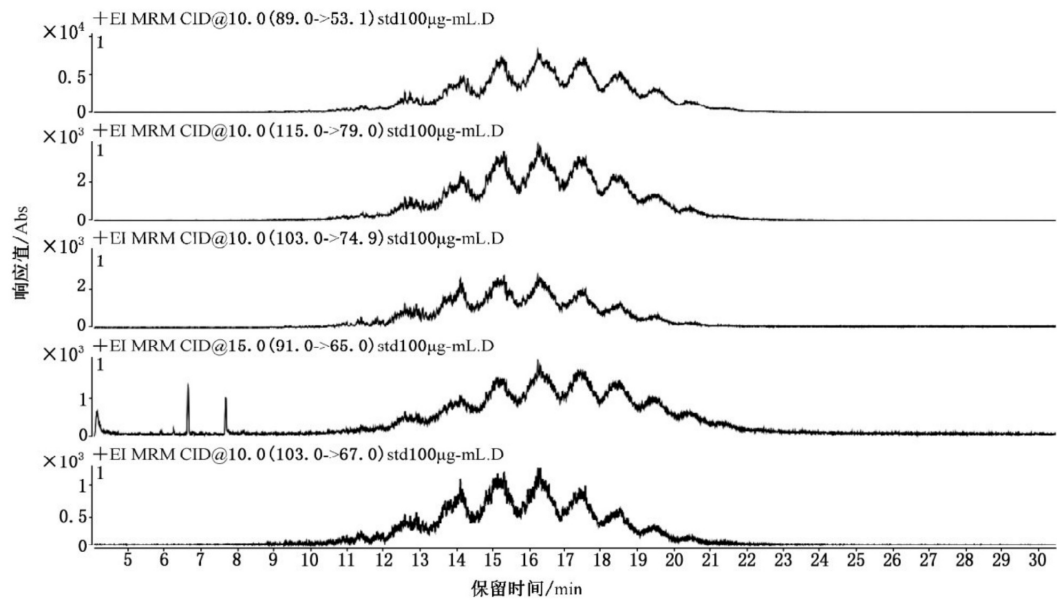


图 A.2 按 5.9 方法配置混合短链氯化石蜡标准溶液的选择离子色谱图