

ICS 71. 100. 40  
G 70

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5661—2019

---

### 纺织染整助剂产品中 邻苯基苯酚的测定

Determination of ortho-phenylphenol  
in textile dyeing and finishing auxiliaries

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：浙江省检验检疫科学技术研究院、传化智联股份有限公司、浙江理工大学、中国检验检疫科学研究院、海南速易检测技术研究院有限公司、杭州传化精细化工有限公司。

本标准主要起草人：吴刚、赵婷、席广成、陈海相、董锁拽、何志贵、张巧琦、赵栋、王力君、印梅芬、张明誉。

## 纺织染整助剂产品中邻苯基苯酚的测定

**警示**——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

本标准规定了纺织染整助剂产品中邻苯基苯酚（OPP）的测定方法。  
本标准适用于纺织染整助剂产品中邻苯基苯酚含量的测定。

### 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（GB/T 6682—2008，mod ISO 3696:1987）

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 原理

以正己烷为溶剂，采用超声波提取纺织染整助剂产品中的邻苯基苯酚，经滤膜过滤后，采用气相色谱-质谱法（GC-MS）测定，以外标法定量。

### 4 试剂

4.1 除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 正己烷。

4.3 邻苯基苯酚（ $C_{12}H_{10}O$ ，CAS 编号：90-43-7）标准品：纯度 $\geq 97.5\%$ （质量分数）。

4.4 标准储备溶液：1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

准确称取适量的邻苯基苯酚标准品（4.3），用正己烷（4.2）或其他合适溶剂配制成浓度为 1 000  $\mu\text{g/mL}$  的标准储备溶液。

注：标准储备溶液避光保存，置于 0  $^{\circ}\text{C}$ ～4  $^{\circ}\text{C}$  下贮存，有效期为 6 个月。

4.5 标准工作溶液。

根据需要，将标准储备溶液（4.4）用正己烷（4.2）或其他合适溶剂稀释成适宜的浓度。

注：标准工作溶液避光保存，置于 0  $^{\circ}\text{C}$ ～4  $^{\circ}\text{C}$  下贮存，有效期为 3 个月。

### 5 设备和仪器

5.1 气相色谱-质谱联用仪：配有电子轰击电离源（EI）。

5.2 超声波发生器：工作频率为 40 kHz。

5.3 分析天平：感量为 0.000 1 g 与 0.001 g。

5.4 离心机：可在  $\geq 5\,000$  r/min 稳定控速。

5.5 提取器：50 mL 塑料离心管。

5.6 有机相针式过滤头：0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 6 测定步骤

### 6.1 提取

称取 0.2 g（精确至 0.001 g）样品，置于提取器（5.5）中，准确加入 20 mL 正己烷（4.2），密封后，在超声波发生器（5.2）中超声提取 30 min。冷却至室温后，取适量上清液，经 0.45  $\mu\text{m}$  有机相针式过滤头（5.6）过滤到进样瓶，供气相色谱-质谱联用仪测定。

注：如果样品为水溶性，必要时可先在样品中加入 2 mL 水，振荡均匀后，再加入 20 mL 正己烷（4.2）进行萃取；如果样品经超声萃取出现乳浊现象，可使用离心机（5.4）离心提取液，取上清液进行分析。

### 6.2 气相色谱-质谱分析方法

#### 6.2.1 气相色谱-质谱分析条件

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通用参数。设定的参数应保证用色谱条件测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离，以下列出的参数证明是可行的：

- a) 色谱柱：DB-17 MS（15 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ），或性能相当者；
- b) 色谱柱温度：60  $^{\circ}\text{C}$ （1 min） $\xrightarrow{20\,^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  280  $^{\circ}\text{C}$ （3 min）；
- c) 进样口温度：270  $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 质谱接口温度：280  $^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 离子源温度：230  $^{\circ}\text{C}$ ；
- f) 电离方式：EI；
- g) 电离能量：70 eV；
- h) 测定方式：选择离子监测模式，定量离子（ $m/z$ ）170，定性离子（ $m/z$ ）169、141、115；
- i) 进样量：1  $\mu\text{L}$ ；
- j) 进样方式：分流进样，分流比为 10 : 1；
- k) 载气：氦气（纯度 $\geq 99.999\%$ ）（体积分数），流量 1.0 mL/min；
- l) 溶剂延迟：5 min。

#### 6.2.2 气相色谱-质谱定性分析

分别取提取后的试样溶液和标准工作溶液（4.5）等体积参插进样，按本标准 6.2.1 条件测试并分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液色谱峰的保留时间（变化范围在 $\pm 2.5\%$ 以内）以及特征离子的相对丰度比值进行定性分析。在本标准 6.2.1 条件下，邻苯基苯酚的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 A， $m/z$  170、169、141、115 的丰度比约为 100 : 75.1 : 32.5 : 24.5。

#### 6.2.3 气相色谱-质谱定量分析

根据试样溶液中被测物质含量情况，选定浓度相近的标准工作溶液与试样溶液等体积参插进样。

以目标化合物的峰面积为纵坐标、以其浓度为横坐标做标准工作曲线，按照外标法进行定量。试样溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内，如果超过标准曲线范围，应稀释到适当浓度后分析。

## 7 空白试验

除不加样品外，按 6.1～6.2 步骤进行。

## 8 试验数据处理

### 8.1 结果计算

样品中邻苯基苯酚含量以  $X$  计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (1) 计算：

$$X = \frac{A_{c_s} V f}{A_s m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A$ ——样品提取液中邻苯基苯酚的峰面积 (或峰高)；

$c_s$ ——标准工作溶液中邻苯基苯酚的浓度的数值，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ ——试样萃取液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$f$ ——稀释因子；

$A_s$ ——标准工作溶液中邻苯基苯酚的峰面积 (或峰高)；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克 (g)。

### 8.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果值的算术平均值表示，按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行修约，表示到小数点后 1 位。低于测定低限 (9.1) 时，试验结果为“未检出”。

## 9 测定低限、回收率和精密度

### 9.1 测定低限

本方法的测定低限为 10.0 mg/kg。

### 9.2 回收率

本方法对邻苯基苯酚的回收率为 80%～120%。

### 9.3 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。

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

**HG/T 5661—2019**

- a) 样品来源及描述；
- b) 本标准编号；
- c) 与本标准的差异；
- d) 试验中出现的异常情况；
- e) 试验结果；
- f) 试验日期。

附 录 A  
(资料性附录)  
气相色谱-质谱选择离子色谱图

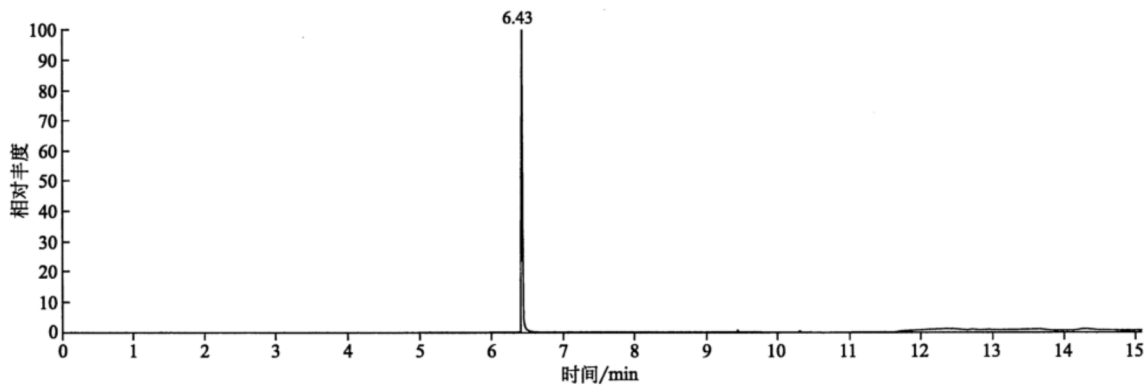


图 A. 1 邻苯基苯酚标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图

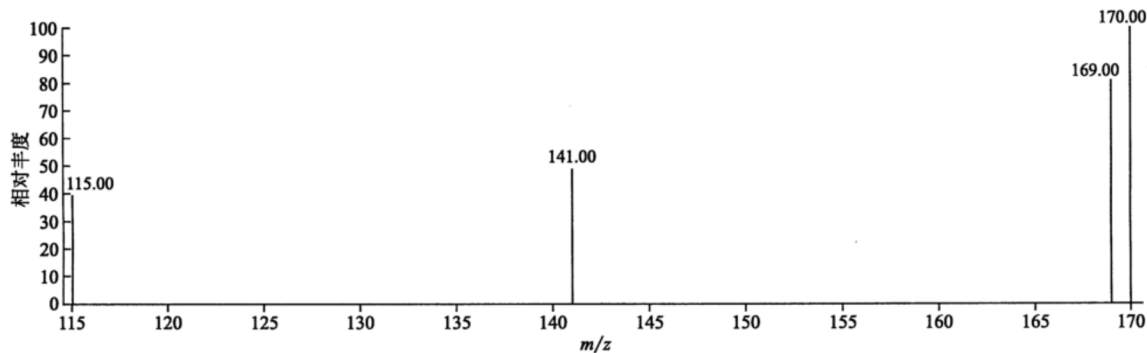


图 A. 2 邻苯基苯酚标准物质的气相色谱-质谱图