



中华人民共和国国家标准

GB/T 24164—2020
代替 GB/T 24164—2009

染料产品中氯化苯的测定

Determination of chlorinated benzenes in dye products

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
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。

本标准代替 GB/T 24164—2009《染料产品中多氯苯的测定》。与 GB/T 24164—2009 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了标准适用范围(见第 1 章,2009 年版的第 1 章);
- 删除了气相色谱测定方法(GC-ECD)(见 2009 年版的第 4 章);
- 修改了方法原理(见第 3 章,2009 年版的第 3 章);
- 修改了标准溶液配制方法(见第 6 章,2009 年版的 4.3);
- 修改了样品溶液制备方法(见第 7 章,2009 年版的 4.5.1);
- 修改了色谱分析条件(见 8.1,2009 年版的 4.5.2);
- 修改了方法准确度判定要求(见 10.3,2009 年版的 5.2);
- 修改了氯化苯种类(见附录 A,2009 年版的附录 A)。

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(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:九江富达实业有限公司、沈阳化工研究院有限公司、金华双宏化工有限公司、绍兴市质量技术监督检测院、中国化工经济技术发展中心、辽宁省生态环境保护科技中心、传化智联股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人:胥维昌、彭德新、沈忠昫、吕双、章国栋、姬兰琴、薛岩、赵婷、代宝义、金祝年、鲍国芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 24164—2009。



染料产品中氯化苯的测定

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-质谱法(GC/MS)测定染料产品中 12 种氯化苯残留量的方法。本标准适用于各种类别染料产品中氯化苯的测定。

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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法原理

在超声波浴中,用二氯甲烷提取试样中的氯化苯,采用气相色谱-质谱联用仪(GC/MS)进行分离和测定,峰面积外标法定量。

氯化苯种类和测定参考参数见附录 A。

4 试剂或材料

4.1 氯化苯标准品(见附录 A)。

4.2 二氯甲烷,色谱纯。

5 仪器设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪(GC/MS):具有 EI 源。

5.2 色谱柱:50%苯基甲基聚硅氧烷固定相,如 DB-17MS,30 m×0.25 mm×0.25 μm 或相当者。

5.3 分析天平:精度 0.01 mg。

5.4 超声波发生器。

5.5 提取器:具塞管,10 mL。

5.6 离心机:4 000 r/min。

5.7 氮吹浓缩仪。

6 标准溶液的配制

6.1 氯化苯单一标准储备液(1 000 mg/L)

分别按照附录 A 称取所列标准物质 10 mg(精确至 0.01 mg),用二氯甲烷溶解并定容至 10 mL 容

量瓶中,配制成单一标准储备液。单一标准储备液在 4 °C 以下避光密封冷藏保存,易挥发的组分包括一氯苯、二氯苯、三氯苯有效期为一周,其他组分的有效期为一个月。也可直接购买有证标准溶液,单一组分氯化苯标准溶液或氯化苯混合标准溶液均可。

6.2 氯化苯混合标准使用液(50 mg/L)

吸取氯化苯单一标准储备液(6.1)各 0.5 mL 至 10 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度。

6.3 标准工作溶液

用氯化苯混合标准使用液(6.2)配制标准工作溶液,可根据试样中目标物的含量配制合适的浓度。

7 样品溶液的制备

7.1 通则

一般染料样品采用方法 A 进行样品溶液的制备。若染料试样在提取溶剂中溶解度较大,浓缩过程中有沉淀析出,不利于试样溶液定容时,可选择方法 B 进行样品溶液的制备。

7.2 方法 A

称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 10 mL 提取器中,加入 5 mL 二氯甲烷,用超声波发生器超声萃取 10 min,离心,收集上清提取溶液。重复上述萃取过程三次,合并提取溶液。提取溶液用氮吹仪浓缩定容至 1 mL,待分析。

同时制备空白试样。

7.3 方法 B

称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 10 mL 提取器中,准确加入 5.0 mL 二氯甲烷,用超声波发生器超声萃取 30 min(若试样全部溶解,可省略超声萃取步骤),离心,收集上清提取溶液,待分析。二氯甲烷作空白试样。

8 试验步骤

8.1 色谱分析条件

由于测试条件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。可根据不同仪器设备,选择最佳分析条件。

推荐的气相色谱-质谱仪器分析条件见表 1。



表 1 气相色谱-质谱仪器分析条件

控制参数	分析条件
柱温	初始温度 50 °C,保持 2 min,以 10 °C/min 的速度升至 200 °C,以 50 °C/min 的速度升至 280 °C,保持 6 min
进样口温度	280 °C
载气	氮气(99.999%)
载气流量	1.0 mL/min

表 1 (续)

控制参数	分析条件
进样体积	1 μ L
进样方式	不分流进样
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
四级杆温度	150 $^{\circ}$ C
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
扫描方式	全扫描(SCAN)
溶剂延迟	3 min

8.2 测定

按照色谱分析条件(8.1)对标准工作液(6.3)和样品溶液(第 7 章)进行测定,通过保留时间和特征离子(见附录 A)进行目标化合物的定性,使用峰面积外标法进行定量。按照第 7 章和第 8 章要求同时进行空白试样测定。色谱示意图参见附录 B。

9 结果计算

试样中各种氯化苯的含量以 w_i 计,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{c_s \times A_i \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_i —— 试样中目标物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_s —— 标准工作溶液中目标物的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_i —— 试样溶液中目标物定量离子的峰面积数值;
- V —— 试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- A_s —— 标准工作溶液中目标物定量离子的峰面积数值;
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

计算结果按照 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约至小数点后两位。

10 检出限、精密度和准确度

10.1 检出限

以第 7 章中方法 A 制备样品溶液,12 种氯化苯方法检出限为 0.01 mg/kg;以方法 B 制备样品溶液,方法检出限为 0.05 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,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测定,两次测定结果的绝对差值不大于其平均值的 20%。

10.3 准确度

在 1 g 染料试样中加入适量氯化苯标准溶液,加标浓度为 1 mg/kg,按第 8 章操作,测得的各种氯化苯回收率应在 70%~110%。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 本标准编号;
- c) 试验条件;
- d) 使用方法;
- e) 试验结果;
- f) 偏离标准的差异;
- g) 试验日期。



附 录 A
(规范性附录)
氯化苯种类和测定参考参数

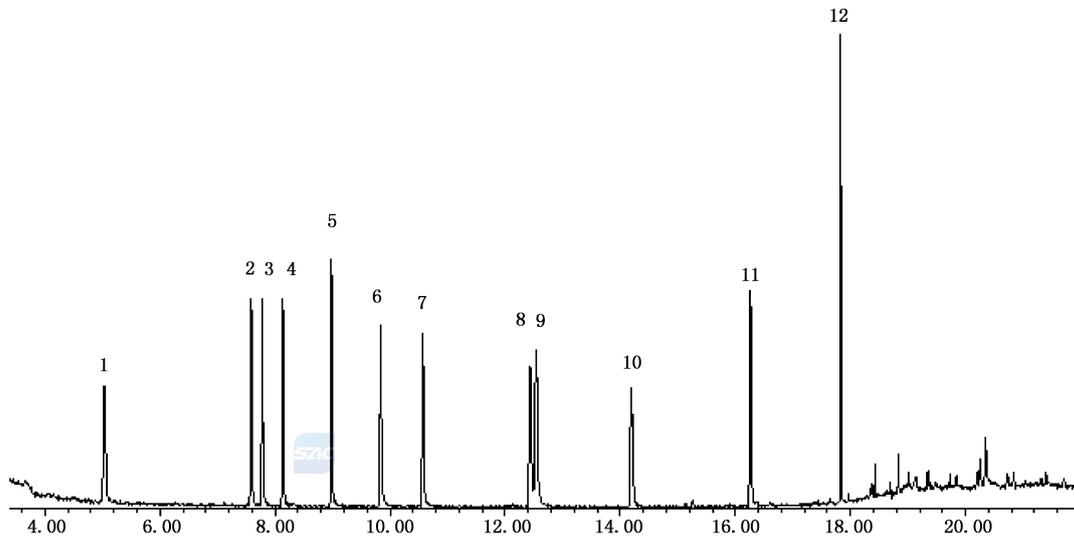
氯化苯种类和测定参考参数见表 A.1。

表 A.1 氯化苯种类和测定参考参数

序号	氯化苯名称	CAS 号	分子式	特征离子/(m/z)	
				定量离子	辅助离子
1	一氯苯	108-90-7	C_6H_5Cl	112	77,114
2	1,2-二氯苯	95-50-1	$C_6H_4Cl_2$	146	148,111
3	1,3-二氯苯	541-73-1	$C_6H_4Cl_2$	146	148,111
4	1,4-二氯苯	106-46-7	$C_6H_4Cl_2$	146	148,111
5	1,2,3-三氯苯	87-61-6	$C_6H_3Cl_3$	180	182,145
6	1,2,4-三氯苯	120-82-1	$C_6H_3Cl_3$	180	182,145
7	1,3,5-三氯苯	108-70-3	$C_6H_3Cl_3$	180	182,145
8	1,2,3,5-四氯苯	634-90-2	$C_6H_2Cl_4$	216	214,218
9	1,2,4,5-四氯苯	95-94-3	$C_6H_2Cl_4$	216	214,218
10	1,2,3,4-四氯苯	634-66-2	$C_6H_2Cl_4$	216	214,218
11	五氯苯	608-93-5	C_6HCl_5	250	252,215
12	六氯苯	118-74-1	C_6Cl_6	284	286,282

附录 B
(资料性附录)
氯化苯标准品色谱图

12 种氯化苯标准品的总离子流色谱图见图 B.1。



说明：

- 1 ——一氯苯；
- 2 ——1,3-二氯苯；
- 3 ——1,4-二氯苯；
- 4 ——1,2-二氯苯；
- 5 ——1,3,5-三氯苯；
- 6 ——1,2,4-三氯苯；
- 7 ——1,2,3-三氯苯；
- 8 ——1,2,3,5-四氯苯；
- 9 ——1,2,4,5-四氯苯；
- 10——1,2,3,4-四氯苯；
- 11——五氯苯；
- 12——六氯苯。

图 B.1 12 种氯化苯的总离子流色谱图