



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.17—2015

## 烟花爆竹用烟火药剂 第 17 部分： 六氯代苯的检测方法 气相色谱法

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—  
Part 17: Determination of hexachlorobenzene—Gas chromatography

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
烟花爆竹用烟火药剂 第 17 部分：  
六氯代苯的检测方法 气相色谱法  
SN/T 1732.17—2015

\*

中国标准出版社出版  
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)  
总编室:(010)68533533

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2016 年 1 月第一版 2016 年 1 月第一次印刷  
印数 1—1 100

\*

书号: 155066 • 2-29567 定价 14.00 元

## 前 言

SN/T 1732《烟花爆竹用烟火药剂》分为 19 个部分：

- 第 1 部分：钡含量的测定；
- 第 2 部分：重铬酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：锌含量的测定；
- 第 4 部分：铜含量的测定；
- 第 5 部分：钛含量的测定；
- 第 6 部分：锶含量的测定；
- 第 7 部分：铅含量的测定；
- 第 8 部分：钠含量的测定；
- 第 9 部分：镁含量的测定；
- 第 10 部分：硫含量的测定；
- 第 11 部分：钾含量的测定；
- 第 12 部分：红磷含量的测定；
- 第 13 部分：硼酸含量的测定；
- 第 14 部分：糊精的定性检测方法；
- 第 15 部分：聚氯乙烯的检测方法；
- 第 16 部分：苦味酸的检测方法 高效液相色谱法；
- 第 17 部分：六氯代苯的检测方法 气相色谱法；
- 第 18 部分：氯化石蜡的检测方法；
- 第 19 部分：没食子酸的检测方法 高效液相色谱法。

本部分为 SN/T 1732 的第 17 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：江放明、谭爱喜、李拥军、黄志强、肖家勇、张光辉、江资成、邱丽娜。

## 烟花爆竹用烟火药剂 第 17 部分： 六氯代苯的检测方法 气相色谱法

### 1 范围

SN/T 1732 的本部分规定了烟花爆竹烟火药剂中六氯代苯的气相色谱测定方法。  
本部分适用于烟花爆竹烟火药剂中六氯代苯的测定。

### 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 15813 烟花爆竹成型药剂 样品分离和粉碎

### 3 方法提要

烟火药剂样品中的六氯代苯经正己烷提取、浓硫酸净化后,用配备氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪进行测定,以保留时间定性,外标法定量。

### 4 试剂和材料

除特殊规定外,所有试剂均为分析纯。

4.1 六氯代苯标准品:纯度为 99.5%。

4.2 浓硫酸。

4.3 正己烷:色谱纯。

4.4 六氯代苯标准储备溶液:准确称取适量的六氯代苯标准品(精确至 0.000 1 g),用正己烷配成 100  $\mu\text{g/mL}$  的储备液,于 4  $^{\circ}\text{C}$  低温保存。使用时根据需要用正己烷稀释成适当浓度的标准工作液。

### 5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪,配备氢火焰离子化检测器(FID),氢气发生器。

5.2 分析天平。

5.3 离心机:3 000 r/min。

5.4 快速混匀器。

5.5 多功能微量样品处理仪或其他相当的仪器。

5.6 刻度离心管:5 mL、10 mL。

5.7 玻璃试管:10 mL。

5.8 尖嘴吸管。



## 6 分析步骤

### 6.1 样品制备

烟火药剂样品的制备按 GB/T 15813 进行制样。

### 6.2 提取

称取 1.000 g(精确至 0.001 g)试样于 10 mL 离心管中,加入 2 mL 正己烷,在混匀器上混匀 2 min,于 3 000 r/min 下离心 2 min,吸取上清液于 5 mL 刻度离心管中。将残渣用正己烷再重复提取 2 次,每次加 2 mL 正己烷,合并上层正己烷层,在微量化处理仪上 40 ℃ 吹至 1 mL 以下,取出定容至 1 mL,混匀。

### 6.3 净化

定容后的试样经浓硫酸净化至上层无色后,3 000 r/min 下离心 2 min,将正己烷层转入进样小瓶,供气相色谱分析。

### 6.4 测定

#### 6.4.1 气相色谱条件

如下所示:

- a) 色谱柱:HP-5 石英毛细管柱[30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm],或相当者;
- b) 升温程序:初始温度 100 ℃ 保持 1 min,以 20 ℃/min 速度升到 180 ℃ 保持 1 min,再以 10 ℃/min 升到 280 ℃;
- c) 进样口温度:200 ℃;
- d) 检测器温度:300 ℃;
- e) 载气:氮气,纯度大于等于 99.99%,流量 1.0 mL/min;
- f) 氢气:40 mL/min;
- g) 空气:400 mL/min;
- h) 尾吹气:30 mL/min;
- i) 进样方式:无分流进样;
- j) 进样量:1 μL。

#### 6.4.2 色谱测定

根据样液中六氯代苯含量情况,选定与样液浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中六氯代苯响应值均应在仪器检测线性范围内,标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定。在上述气相色谱条件下,六氯代苯参考保留时间约为 8.2 min。

标准品的色谱分离图参见图 A.1。

### 6.5 空白试验

除不加试样外,按上述测定步骤进行。

## 7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算样品中六氯代苯的量,计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——样品中六氯代苯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A$ ——样液中六氯代苯的峰面积;

$c_s$ ——标准工作液中六氯代苯的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$A_s$ ——标准工作液中六氯代苯的峰面积;

$V$ ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。

## 8 方法的测定低限、回收率

### 8.1 测定低限

本方法测定低限为:0.5 mg/kg。

### 8.2 测定回收率

六氯代苯的质量浓度在 0.5 mg/kg~5 mg/kg 时,加标回收率为 84.2%~101.6%之间。

附录 A  
(资料性附录)  
六氯代苯的标准气相色谱图

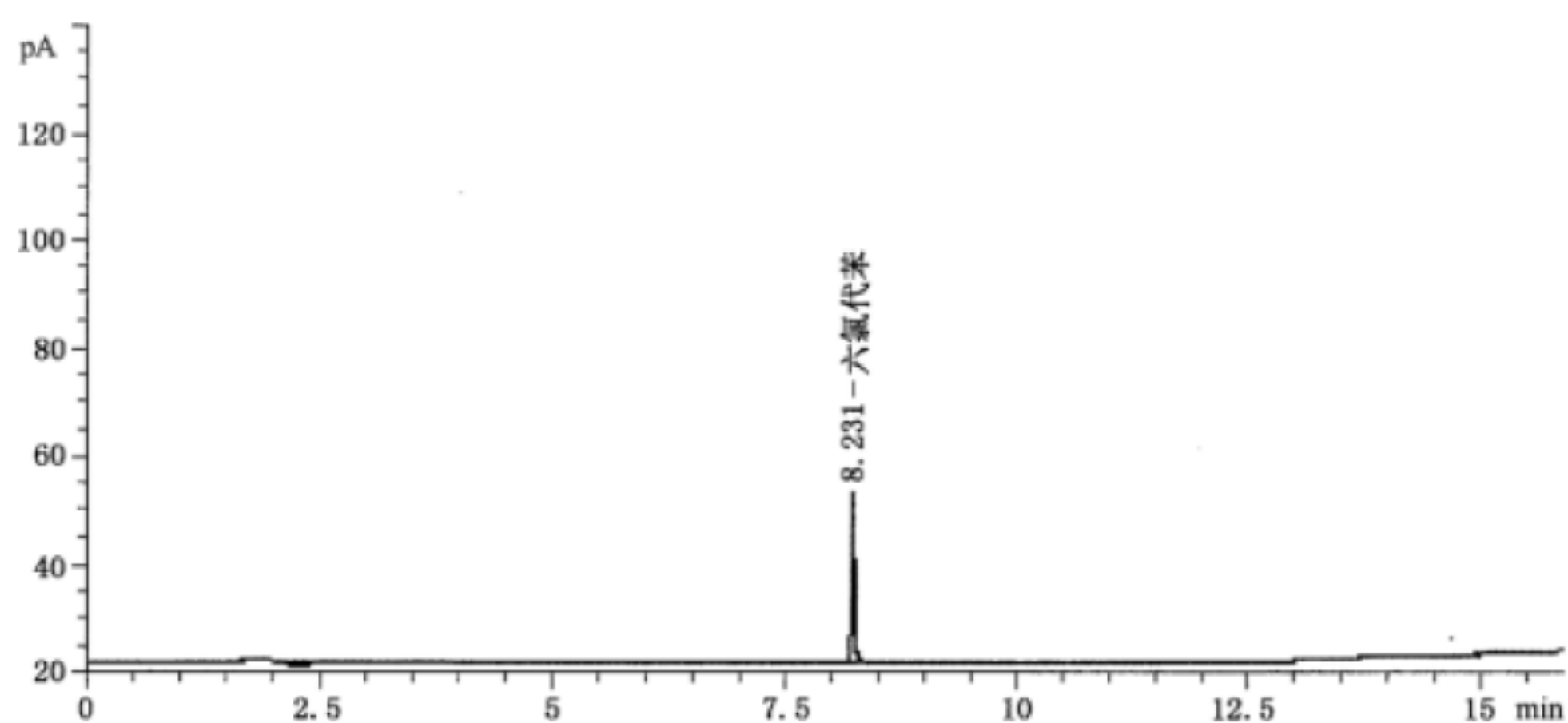


图 A.1 六氯代苯标准品气相色谱图



SN/T 1732.17-2015

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066 • 2-29567

定价: 14.00 元