

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1837—2006

20071437

进出口纺织品 硫丹、丙溴磷残留量的测定 气相色谱-串联质谱法

Import and export textiles—Determination of the residues of
endosulfan and profenofos—GC-MS method

2006-11-10 发布

2007-05-16 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准起草人：郭维、于涛、闫婧。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口纺织品 硫丹、丙溴磷残留量的测定

气相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了气相色谱法测定纺织品中 α -硫丹、 β -硫丹和丙溴磷残留量的方法。
本标准适用于纺织材料及其产品。

2 原理

试样经石油醚提取、浓缩,正己烷溶解并定容后,用配有电子捕获检测器的气相色谱仪(GC/ECD)测定,外标法定量,采用气相色谱-质谱联用仪(GC/MSD)选择离子检测进行确证。

3 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯。

3.1 丙酮:重蒸馏。

3.2 石油醚:沸程 $60^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$,重蒸馏。

3.3 正己烷:重蒸馏。

3.4 硫丹、丙溴磷标准品:纯度均 $\geq 99\%$ 。

3.5 标准工作溶液:分别准确称取适量 α -硫丹、 β -硫丹和丙溴磷标准品,用正己烷溶解后配制成 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。根据需要用正己烷逐级稀释成不同浓度的系列标准工作溶液。标准储备溶液和标准工作溶液均于 4°C 条件下保存,标准储备溶液保存期为半年,标准工作溶液保存期为1 W。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 气相色谱-质谱仪:配有质谱检测器(MSD)。

4.3 索氏提取器:250 mL。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 恒温水浴锅。

4.6 微量注射器:10 μL 。

5 分析步骤

5.1 提取

取50 g代表性的试样,剪碎至 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 以下,混合,从混合样中称取5.0 g(精确至0.01 g)试样两份(供平行试验用)放入滤纸筒中,然后置于索氏提取器里,加入100 mL石油醚于提取瓶中,在 $80^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ 水浴中回流提取6 h(回流速率8次/h \sim 10次/h)。冷却后将提取液于 $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转浓缩至近干,用正己烷溶解并定容至5.00 mL,经适当过滤后,供气相色谱仪测定或气相色谱-质谱仪确证。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱(GC-ECD)条件

由于测试结果与所使用的仪器和条件有关,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。

- a) 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),PE-1701 石英毛细管柱或相当者;
- b) 进样口温度:280℃;
- c) 检测器温度:320℃;
- d) 色谱柱温度:180℃(2 min) $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280℃(25 min);
- e) 载气、尾吹气:氮气,纯度≥99.99%,柱流量 1.4 mL/min,尾吹气流量 50 mL/min;
- f) 进样方式:不分流进样,1.5 min 后开启分流阀;
- g) 进样量:1 μL。

注:所有色谱条件需保证各组分峰之间及组分峰与杂质峰之间完全分离。

5.2.2 气相色谱测定

根据样液中 α-硫丹、β-硫丹和丙溴磷的含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和待测样液中各待测成分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参插进样外标法测定。各标准物的气相色谱图及各组分的参考保留时间参见附录 A 中图 A.1。

5.3 确证

5.3.1 气相色谱-质谱(GC-MSD)条件

由于测试结果与所使用的仪器和条件有关,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。

- a) 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),DB-1701 石英毛细管柱或相当者;
- b) 进样口温度:270℃;
- c) 色谱-质谱接口温度:270℃;
- d) 色谱柱温度:50℃(2 min) $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 180℃(1 min) $\xrightarrow{4^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 250℃(1 min);
- e) 载气:氮气,纯度≥99.99%,1.5 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 测定方式:选择离子监测方式(SIM);
- i) 选择检测离子(m/z):α-硫丹、β-硫丹和丙溴磷的特征选择离子(m/z)参见附录 B 中表 B.1;
- j) 进样方式:不分流进样,1.5 min 后开启分流阀;
- k) 进样量:1 μL。

5.3.2 气相色谱-质谱确证

根据 5.2.2 的测定结果,若样液与标准混合工作溶液在相同保留时间有色谱峰出现,则对所需确证的成分按照附录 B 中表 B.1 选择其特征选择离子,在 5.3.1 操作条件下,对标准混合工作溶液与样液等体积参插进样测定,如果样液与标准混合工作溶液的 SIM 质谱图中的四个碎片离子的丰度比均一致,可做出样品中有该种成分阳性检出的判断。

注:计算结果需将空白值扣除。

5.4 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

5.5 结果计算

试样中各成分(α-硫丹、β-硫丹和丙溴磷)含量按式(1)计算,取平行测定结果的算术平均值作为试验结果,计算结果表示到小数点后两位。

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

式中:

X——试样中 α-硫丹、β-硫丹或丙溴磷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中 α -硫丹、 β -硫丹或丙溴磷的峰面积(或峰高);

A_s ——标准工作液中 α -硫丹、 β -硫丹或丙溴磷的峰面积(或峰高);

c ——标准工作液中 α -硫丹、 β -硫丹或丙溴磷的浓度,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 ——试样量,单位为克(g)。

注:计算结果需将空白值扣除。

6 测定低限、确证低限和精密度

6.1 测定低限

本方法测定低限为: α -硫丹 0.005 mg/kg , β -硫丹 0.005 mg/kg ,丙溴磷 0.05 mg/kg 。

6.2 确证低限

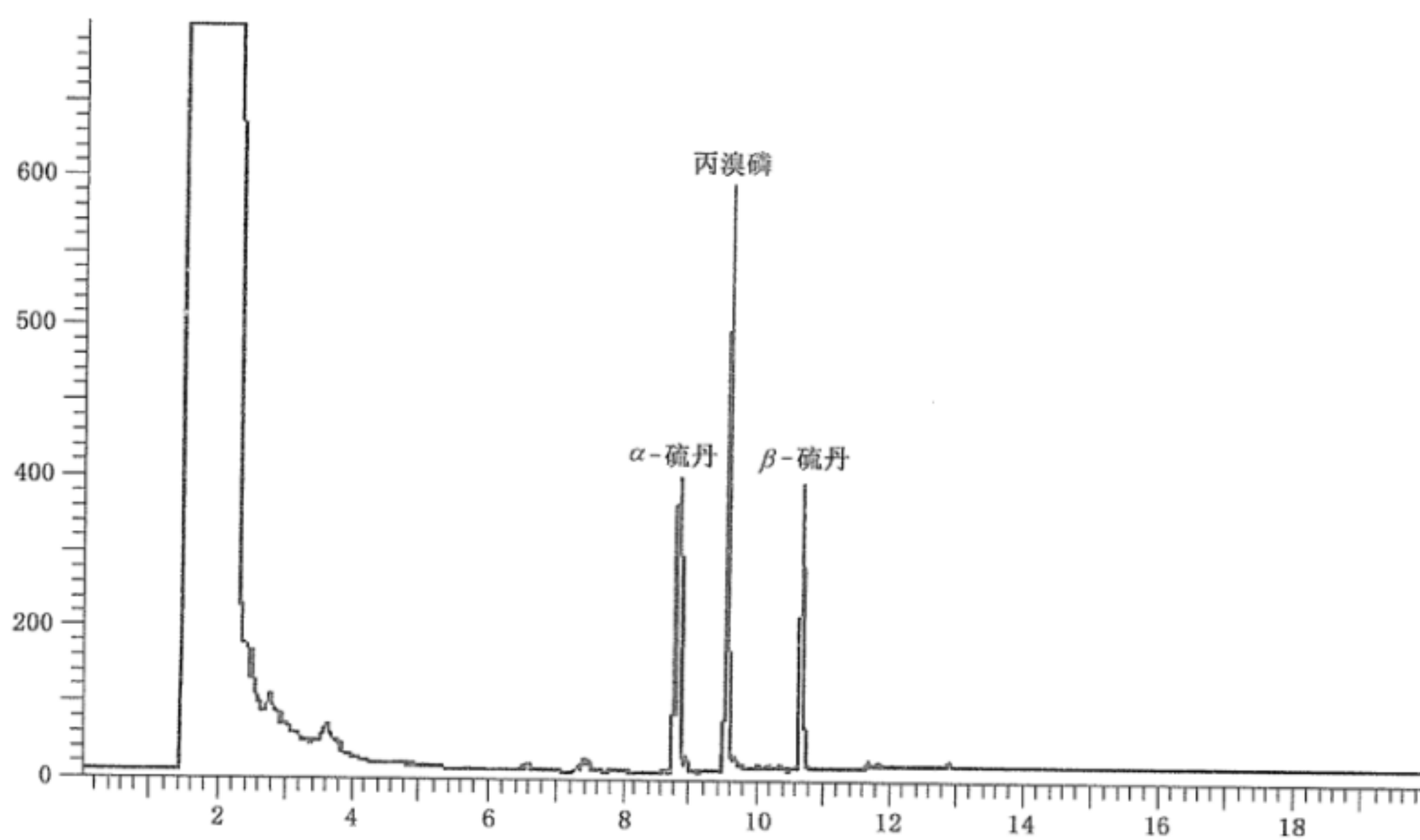
本方法确证低限为: α -硫丹 0.05 mg/kg , β -硫丹 0.05 mg/kg ,丙溴磷 0.10 mg/kg 。

6.3 回收率范围

在本方法确定的条件下,选取不同浓度水平进行平行试验,回收率范围在 80%~120%之间。

附 录 A

(资料性附录)

 α -硫丹、 β -硫丹和丙溴磷标准气相色谱图图 A.1 α -硫丹、 β -硫丹和丙溴磷标准气相色谱图

附 录 B

(资料性附录)

 α -硫丹、 β -硫丹和丙溴磷确证测定的特征选择离子表表 B.1 α -硫丹、 β -硫丹和丙溴磷的特征选择离子表

名 称	CAS No.	特征选择离子及丰度比
α -硫丹	959-98-8	195(100), 337(18), 339(27), 341(18)
β -硫丹	33213-65-9	195(100), 337(18), 339(27), 341(18)
丙溴磷	41198-08-7	97(100), 139(85), 208(95), 374(15)



SN/T 1837-2006

书号:155066 • 2-17501

定价: 6.00 元

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纺织品 硫丹、丙溴磷残留量的测定
气相色谱-串联质谱法
SN/T 1837—2006

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 10 千字
2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-17501 定价 6.00 元