



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4751—2017

## 进出口纺织品 对氯间二甲酚的测定 气相色谱-质谱法

Determination of parachlorometaxylenol in import and export textiles—  
Gas chromatography-mass spectrometry

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：顾娟红、徐振东、潘葵、朱振华、柳艳。



## 进出口纺织品 对氯间二甲酚的测定

### 气相色谱-质谱法

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

本标准规定了采用气相色谱-质谱法测定纺织品中对氯间二甲酚的方法。

本标准适用于纺织品中对氯间二甲酚含量的测定。

#### 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 原理

纺织样品用无水乙醇超声波提取,提取液定容后,用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定,外标法定量。

#### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中所用试剂均为分析纯。

4.1 无水乙醇。

4.2 对氯间二甲酚:CAS号:88-04-0,纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.3 对氯间二甲酚标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取对氯间二甲酚(4.2)标准品适量,用无水乙醇或其他合适的溶剂配制成1 000 mg/L的标准储备溶液。

注:标准储备溶液在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光保存,有效期为12个月。

4.4 对氯间二甲酚标准工作溶液:移取标准储备溶液(4.3)适量体积,用无水乙醇或其他合适的溶剂稀释,配制成所需浓度的标准工作溶液。现用现配。

#### 5 仪器与设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):配备电子轰击源(EI)。

5.2 天平:感量为0.01 g和0.1 mg。

5.3 超声波清洗器:工作频率40 kHz。

5.4 提取器:管状,具密封塞,约50 mL,由硬质玻璃制成。

5.5 滤膜:有机相针式(0.45  $\mu\text{m}$ )。



6 分析步骤

6.1 样品处理

取代表性样品,将其剪碎至约 5 mm×5 mm 大小,混匀。称取 1 g 样品(精确至 0.01 g)置于提取器(5.4)中,加入 15 mL 无水乙醇(4.1),密闭,于(30±5)℃下超声提取 30 min,提取液转移至 25 mL 容量瓶。残留物中再加入 10 mL 无水乙醇重复提取一次。合并提取液,用无水乙醇定容,用滤膜(5.5)过滤后待测。

6.2 仪器测定

6.2.1 气相色谱-质谱联用仪分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数,下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:DB-5MS 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),或相当者。
- b) 进样口温度:260 ℃。
- c) 柱温:初温 80 ℃,以 30 ℃/min 升至 260 ℃保持 2 min。
- d) 载气:氮气(99.999%),流量:1.0 mL/min。
- e) 进样量:1.0 μL。
- f) 进样方式:不分流进样。
- g) 色谱-质谱接口温度:280 ℃。
- h) 离子源温度:230 ℃。
- i) 四级杆温度:150 ℃。
- j) 电离方式:电子轰击离子源(EI)。
- k) 质量扫描范围:50 amu~350 amu。
- l) 扫描方式:选择离子扫描(SIM),特征碎片离子参见表 A.1。
- m) 溶剂延迟:4.0 min。

6.2.2 测定

根据样液中对氯间二甲酚组分含量情况,选择合适浓度的标准工作溶液,标准溶液和待测样液中各组分的响应值均应在标准溶液的线性范围内。根据保留时间和特征离子定性,根据色谱峰面积外标法定量。上述色谱条件下对氯间二甲酚标准物质的色谱图参见图 A.1。

6.3 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

7 结果计算和表示

7.1 结果计算

试样中对氯间二甲酚的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m}$$

.....( 1 )



式中:

$X$  ——试样中对氯间二甲酚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c$  ——从标准曲线上得到的样液中分析物的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$c_0$  ——从标准曲线上得到的空白样液中分析物的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  ——样液最终体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——样品称样量,单位为克(g)。

## 7.2 结果表示

试验结果以对氯间二甲酚的检测结果显示,计算结果按照 GB/T 8170 修约至 0.1 mg/kg。低于测定低限时,试验结果为未检出。

## 8 方法的测定低限、回收率和精密度

### 8.1 方法测定低限

本标准的测定低限为 3 mg/kg。

### 8.2 回收率

在阴性样品中添加适量标准溶液,按上述操作进行分析,对氯间二甲酚的回收率范围在 80%~110%。

### 8.3 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均不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

## 9 试验报告

试验报告至少应给出下列内容:

- 样品来源和描述;
- 来样日期及试验日期;
- 使用的标准;
- 测试结果;
- 任何偏离本标准的说明。

附 录 A  
(资料性附录)  
对氯间二甲酚标准品参数及色谱图

对氯间二甲酚标准品参数及色谱图见表 A.1 和图 A.1。

表 A.1 对氯间二甲酚标准品参数

名称	参考保留时间/min	CAS 编号	特征碎片离子/amu		
			定量	定性	丰度比
对氯间二甲酚 (parachlorometaxlenol)	6.176	88-04-0	156	121、91	100 : 98 : 30

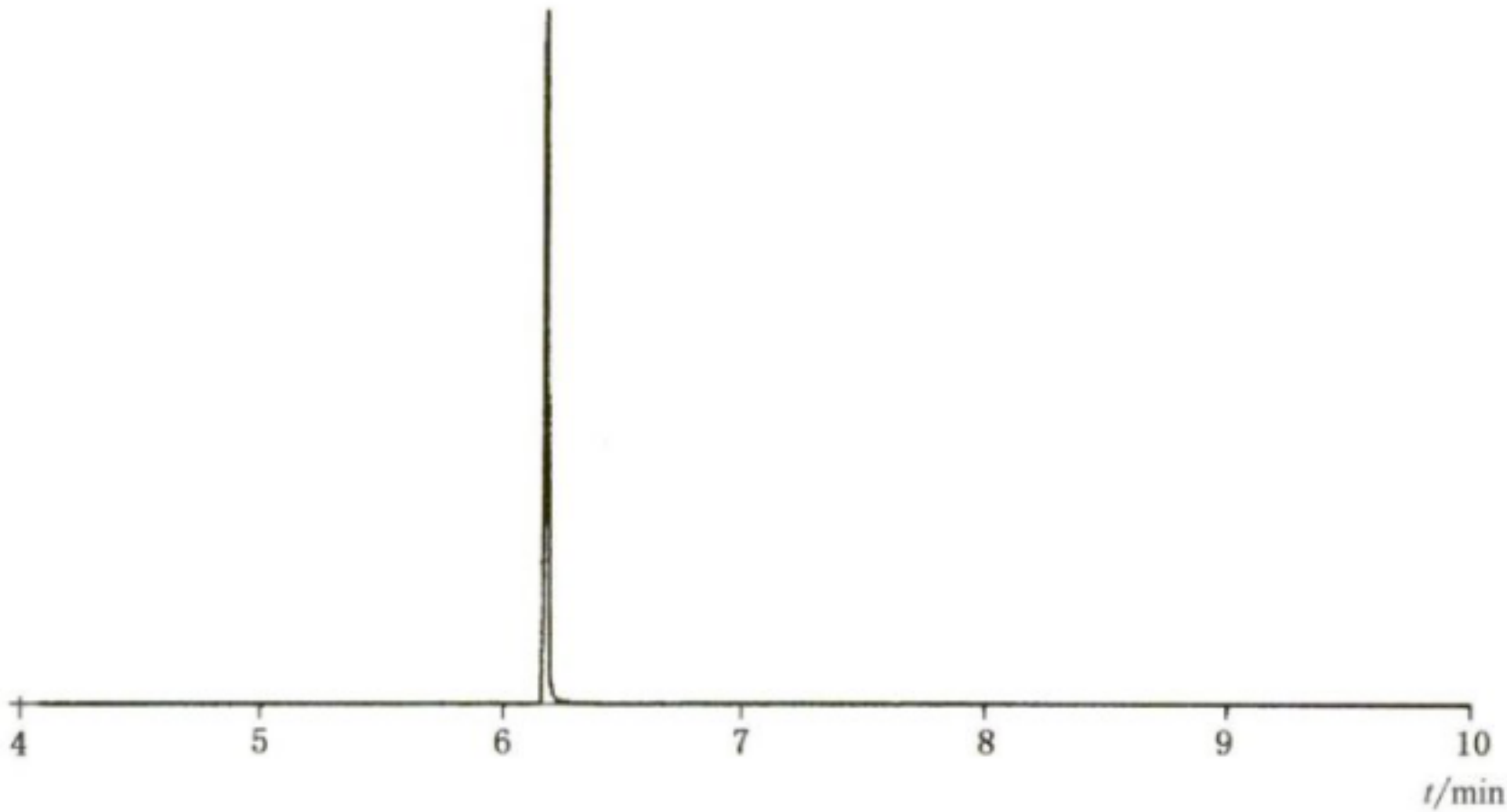


图 A.1 对氯间二甲酚标准品的气相色谱-质谱选择离子色谱图