



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24165—2020  
代替 GB/T 24165—2009

---

## 染料产品中多氯联苯的测定

Determination of polychlorinated biphenyls 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 24165—2009《染料产品中多氯联苯的测定》。与 GB/T 24165—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);
- 修改了方法准确度的判定要求(见 10.3,2009 年版的 5.2);
- 修改了多氯联苯种类(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:沈阳化工研究院有限公司、大连理工大学、金华双宏化工有限公司、绍兴市质量技术监督检测院、辽宁省生态环境保护科技中心、中国化工经济技术发展中心、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、吕双、沈忠昀、姬兰琴、许靓、彭孝军、薛岩、赵婷、代宝义、鲍国芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 24165—2009。

## 染料产品中多氯联苯的测定

**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 7 种指示性多氯联苯残留量的方法原理、试剂或材料、仪器设备、标准溶液的配制、样品溶液的制备、分析步骤、结果计算、检出限、精密度和准确度,以及试验报告。

本标准适用于各种类别染料产品中的多氯联苯的测定。

### 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多氯联苯,使用固相萃取柱(佛罗里硅土 SPE 柱)对提取液进行净化,洗脱液经浓缩、定容后,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。

多氯联苯种类和测定参考参数见附录 A。

### 4 试剂或材料

- 4.1 多氯联苯标准品(见附录 A)。
- 4.2 二氯甲烷,色谱纯。
- 4.3 正己烷,色谱纯。
- 4.4 正己烷-二氯甲烷混合溶剂:正己烷和二氯甲烷体积比为 8:2。
- 4.5 佛罗里硅土小柱(SPE 柱):1 000 mg,6 mL。

### 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:5%苯基甲基聚硅氧烷固定相,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:10 mL 具塞管。
- 5.6 离心机:4 000 r/min。



5.7 氮吹浓缩仪。

5.8 固相萃取装置。

## 6 标准溶液的配制

### 6.1 多氯联苯单一标准储备液(1 000 mg/L)

分别称取附录 A 所列的标准物质 10 mg(准确至 0.01 mg),用正己烷溶解并定容至 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℃ 以下避光密封冷藏保存,有效期为一年。也可直接购买有证标准溶液,单一组分多氯联苯标准溶液或多氯联苯混合标准溶液均可。

### 6.2 多氯联苯混合标准使用液(20.0 mg/L)

吸取多氯联苯单一标准储备液(6.1)各 0.2 mL 至 10 mL 容量瓶中,用正己烷稀释至刻度。

### 6.3 标准工作溶液

用多氯联苯混合标准使用液(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 提取

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。若试样全部溶解,可省略超声萃取步骤。

同时制备空白试样。

### 7.2 浓缩和溶剂替换

采用氮吹浓缩法,氮吹浓缩仪设置温度为 30 ℃,用小流速氮气将 7.1 中提取溶液浓缩至 1 mL~2 mL,用约 5 mL~10 mL 正己烷清洗浓缩管管壁,再浓缩至约 1 mL,待净化。

### 7.3 净化

将弗罗里硅土小柱固定在固相萃取装置上,用 4 mL 正己烷淋洗净化小柱,再加入 4 mL 正己烷,待柱充满后关闭控制阀,浸润 5 min,缓慢打开控制阀,在填料暴露于空气之前关闭控制阀。将浓缩液(7.2)转移至小柱中,用约 2 mL 正己烷分次洗涤浓缩管,洗液全部转入小柱中。缓慢打开控制阀,接收流出液,在吸附剂暴露于空气之前,加入约 8 mL 正己烷-二氯甲烷混合溶剂进行洗脱,接收全部洗脱液。

### 7.4 浓缩定容

净化后的洗脱液用氮吹浓缩法浓缩并定容至 1.0 mL,混匀后转移至样品瓶中,待分析。

## 8 分析步骤

### 8.1 色谱分析条件

由于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普遍参数。采用表 1 所列气相色谱

谱-质谱联用仪分析条件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。

表 1 气相色谱-质谱联用仪分析条件

控制参数	分析条件
柱温	初始温度 180 ℃,保持 2 min,以 5 ℃/min 的速度升至 280 ℃,保持 10 min
进样口温度	280 ℃
载气	氦气(99.999%)
载气流量	1.0 mL/min
进样体积	1 μL
进样方式	不分流进样
离子源温度	230 ℃
四级杆温度	150 ℃
传输线温度	280 ℃
扫描方式	选择离子扫描(SIM)
溶剂延迟	3 min



8.2 测定

按照色谱分析条件(8.1)分别对标准工作液(6.3)和样品溶液(7.4)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。按照该步骤对空白试样进行分析测定。色谱示意图参见附录 B。

9 结果计算

试样中各种多氯联苯的含量( $w_i$ )按式(1)计算:

$$w_i = \frac{c_s \times A_i \times V}{A_s \times m}$$

.....( 1 )

式中:

- $w_i$  ——试样中多氯联苯目标物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c_s$  ——标准工作溶液中多氯联苯目标物的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $A_i$  ——试样溶液中多氯联苯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);
- $A_s$  ——标准工作溶液中多氯联苯目标物定量离子的峰面积数值;
- $m$  ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后 2 位。

测定结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

10 检出限、精密度和准确度

10.1 检出限

7 种氯联苯测定方法的检出限为 0.01 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获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于这两个测定的算术平均值的 20%。

## 10.3 准确度

采用标准加入法,在 1 g 染料试样中加入适量多氯联苯标准溶液,加标浓度为 1 mg/kg,按第 8 章操作,测得的各种多氯联苯回收率应为 70%~110%。

## 11 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 本标准的标准号;
- c) 试验条件;
- d) 试验结果;
- e) 偏离标准的差异;
- f) 试验日期。



附 录 A

(规范性附录)

多氯联苯种类和测定参考参数

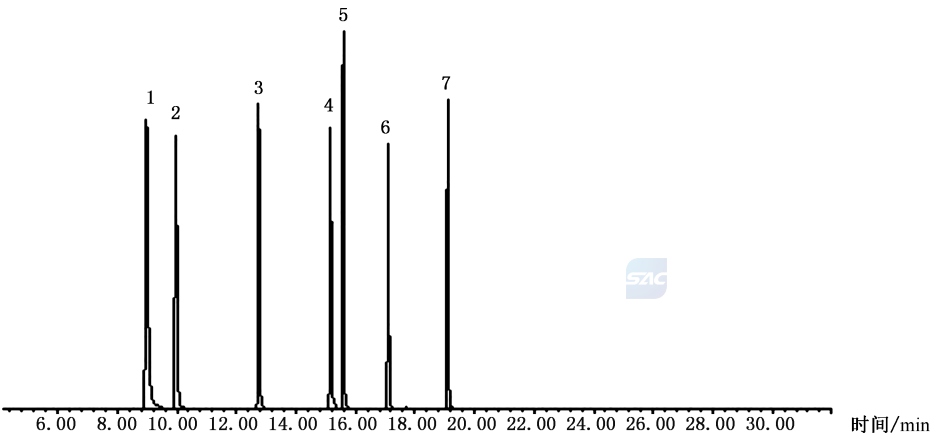
多氯联苯种类和测定参考参数见表 A.1。

表 A.1 多氯联苯种类和测定参考参数

序号	多氯联苯名称	IUPAC 编号	CAS No.	分子式	特征离子(m/z)	
					定量离子	辅助离子
1	2,4,4'-三氯联苯	PCB28	7012-37-5	C <sub>12</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>3</sub>	256	258/186/188
2	2,2',5,5'-四氯联苯	PCB52	35693-99-3	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>4</sub>	292	290/222/220
3	2,2',4,5,5'-五氯联苯	PCB101	37680-73-2	C <sub>12</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>5</sub>	326	328/254/256
4	2,3',4,4',5'-五氯联苯	PCB118	31508-00-6	C <sub>12</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>5</sub>	326	328/254/256
5	2,2',3',4,4',5'-六氯联苯	PCB138	35065-28-2	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>6</sub>	360	362/290/288
6	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB153	35065-27-1	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>6</sub>	360	362/290/288
7	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	PCB180	35065-29-3	C <sub>12</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>7</sub>	394	396/324/326

附 录 B  
(资料性附录)  
多氯联苯标准品色谱图

7 种指示性多氯联苯标准品的总离子流色谱图见图 B.1。



- 说明：
- 1——PCB28；
  - 2——PCB52；
  - 3——PCB101；
  - 4——PCB118；
  - 5——PCB138；
  - 6——PCB153；
  - 7——PCB180。

图 B.1 7 种指示性多氯联苯的总离子流色谱图