



中华人民共和国国家标准

GB/T 39109—2020

纺织品 二苯甲酮类紫外线吸收剂的测定

Textiles—Determination of benzophenone ultraviolet absorbers

2020-10-21 发布

2021-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本标准起草单位:宁波华标检测有限公司、中纺标检验认证股份有限公司、福建宇邦纺织科技有限公司、绍兴市上虞华联印染有限公司、浙江彩蝶实业股份有限公司、宁波检验检疫科学技术研究院、中纺标(深圳)检测有限公司、郑州海关技术中心、南宁海关技术中心、福建省纤维检验中心、晋江中纺标检测有限公司、奥谱天成(厦门)光电有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、浙江省检验检疫科学技术研究院、浙江万里学院、宁波卫生职业技术学院、石家庄海关技术中心、乌鲁木齐海关技术中心、青岛海关技术中心。

本标准主要起草人:傅科杰、张慧恩、吴刚、周昆、保琦蓓、郭会清、盖国平、朱峰、朱万伟、吕信龙、彭志洪、冯敏东、赵海浪、连素梅、刘俊、刘鸿飞、蔡芳、王铭、任清庆、冯云。



纺织品 二苯甲酮类紫外线吸收剂的测定

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

本标准规定了采用高效液相色谱仪-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)测定纺织产品中 11 种二苯甲酮类紫外线吸收剂的方法。

本标准适用于各类纺织产品中二苯甲酮类紫外线吸收剂的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经甲醇超声提取,经滤膜过滤净化后,用高效液相色谱仪-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)进行测定和确证,外标法定量。

4 试剂

4.1 除非另有说明,所用的试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 异丙醇:色谱纯。

4.4 甲酸:色谱纯。

4.5 甲酸溶液:1 mL/L。量取 1 mL 甲酸(4.4),用水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀。

4.6 含 1 mL/L 甲酸的甲醇-异丙醇溶液(70+30):量取 699 mL 的甲醇(4.2)、300 mL 的异丙醇(4.3)、1 mL 的甲酸(4.4)混合,摇匀。

4.7 二苯甲酮类紫外线吸收剂标准物质(纯度 $\geq 98\%$):见附录 A。

4.8 二苯甲酮类紫外线吸收剂标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取 4.7 中规定的标准品,精确到 0.1 mg,用甲醇(4.2)将二苯甲酮类紫外线吸收剂标准物质溶解、定容,配制成浓度为 1 000 mg/L 的组分储备溶液。

注:标准储备溶液在 0℃~4℃下避光保存,有效期宜为 3 个月。

4.9 二苯甲酮类紫外线吸收剂标准工作溶液:分别移取适量体积的标准储备溶液(4.8),用甲醇(4.2)稀释,配制成 0.0 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 不同浓度的标准工作溶液。

注:标准工作溶液在 0℃~4℃下避光保存,有效期宜为 1 个月。

5 设备和仪器

- 5.1 提取器:具密封塞,约 60 mL,由硬质玻璃制成管状。
- 5.2 超声波发生器:工作频率为 40 kHz。
- 5.3 有机相过滤膜:孔径为 0.45 μm 。
- 5.4 分析天平:分度值分别为 0.1 mg 和 0.01 g。
- 5.5 高效液相色谱仪:带有二极管阵列检测器。

6 分析步骤

6.1 试样的制备和提取

取有代表性试样,剪成约 5 mm×5 mm 的小片,混合。从混合样中称取 0.5 g,精确到 0.01 g,置于玻璃提取器(5.1)中,加入 30 mL 甲醇,将提取器置于 60 $^{\circ}\text{C}$ 超声波发生器(5.2)中萃取 30 min。冷却至室温后,取适量上清液用有机相过滤膜(5.3)过滤后,采用高效液相色谱仪(5.5)分析。

6.2 液相色谱分析条件

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。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:亲水性 C_{18} (5 μm), 250 mm×4.6 mm,或相当者;
- b) 流量:0.8 mL/min;
- c) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样量:20.0 μL ;
- e) 检测器:二极管阵列检测器(DAD);
- f) 检测波长:见表 1;

表 1 11 种二苯甲酮类紫外线吸收剂物质的检测波长

序号	名 称	检测波长/nm
1	二苯甲酮	258
2	4-羟基二苯甲酮	280
3	2,4-二羟基二苯甲酮	280
4	2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮	280
5	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮	280
6	2-羟基-4-甲氧基-5-磺酸二苯甲酮	280
7	2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮	280
8	5-氯-2-羟基二苯甲酮	258
9	2,2'-二羟基-4-甲氧基二苯甲酮	280
10	2,3,4-三羟基二苯甲酮	310
11	2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮	280

- g) 流动相 A:1 mL/L 甲酸溶液(4.5);
- h) 流动相 B:含 1 mL/L 甲酸的甲醇-异丙醇溶液(4.6);
- i) 梯度洗脱程序:见表 2;
- j) 定性扫描波长:210 nm~400 nm。

表 2 高效液相色谱法梯度洗脱程序

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0	60	40
35	50	50
42	20	80
45	3	97
50	3	97
51	60	40
60	60	40

6.3 定性定量分析

分别移取标准工作溶液(4.9)和测试液(见 6.1)按照 6.2 条件进行分析,通过标样和比较试样在规定的检测波长下色谱峰的保留时间以及光谱图进行定性,定量检测波长参考标准物质。11 种二苯甲酮类紫外吸收剂在本试验条件下的色谱图和保留时间参见附录 B,11 种二苯甲酮类紫外吸收剂的光谱图参见附录 C。以目标化合物的峰面积为纵坐标、目标化合物的浓度为横坐标绘制标准工作曲线,按照外标法进行定量计算。标准工作溶液和测试液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内,如果含量超过标准曲线范围,用甲醇(4.2)稀释到适当浓度后再分析。

6.4 空白试验

除不加试样外,按 6.1、6.2 和 6.3 测定步骤进行。

7 结果计算和表示

本方法测定结果以二苯甲酮类紫外吸收剂的检测结果分别表示,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{A_i \times (c_i - c_0) \times V \times F}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i ——试样中提取出二苯甲酮类紫外线吸收剂 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——样液中二苯甲酮类紫外线吸收剂 i 的峰面积(或峰高);

A_{is} ——标准工作溶液中二苯甲酮类紫外线吸收剂 i 的峰面积(或峰高);

c_i ——标准工作溶液中二苯甲酮类紫外线吸收剂 i 的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白试验中二苯甲酮类紫外线吸收剂 i 的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

F ——稀释因子;

V ——样液最终体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果以各种二苯甲酮类紫外线吸收剂的检测结果分别表示,计算结果保留至整数位。

8 方法测定低限与精密度

8.1 测定低限

本方法的测定低限为 10 mg/kg。

8.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次测试结果的相对标准偏差不大于 10%,以大于 10%的情况下不超过 5%为前提。

9 试验报告

试验报告至少应给出下述内容:

- a) 本标准编号;
- b) 样品来源及描述;
- c) 试验结果;
- d) 任何偏离本标准的细节;
- e) 试验日期。

表 A.1 给出了 11 种二苯甲酮类紫外线吸收剂化学物质信息。

表 A.1 11 种二苯甲酮类紫外线吸收剂

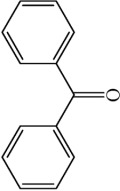
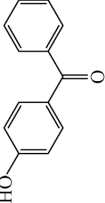
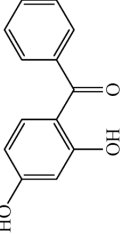
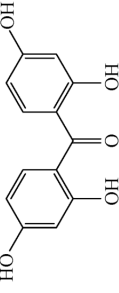
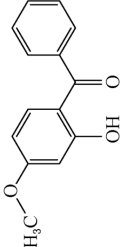
序号	名称	英文名	化学文摘登记号 (CAS)	相对分子质量	分子式	结构式
1	二苯甲酮	Benzophenone	119-61-9	182	C ₁₃ H ₁₀ O	
2	4-羟基二苯甲酮	4-Hydroxybenzophenone	1137-42-4	198	C ₁₃ H ₁₀ O ₂	
3	2,4-二羟基二苯甲酮	2,4-Dihydroxybenzophenone	131-56-6	214	C ₁₃ H ₁₀ O ₃	
4	2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮	2,2',4,4'-Tetrahydroxybenzophenone	131-55-5	246	C ₁₃ H ₁₀ O ₅	
5	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮	2-Hydroxy-4-methoxybenzophenone	131-57-7	228	C ₁₄ H ₁₂ O ₃	

表 A.1 (续)

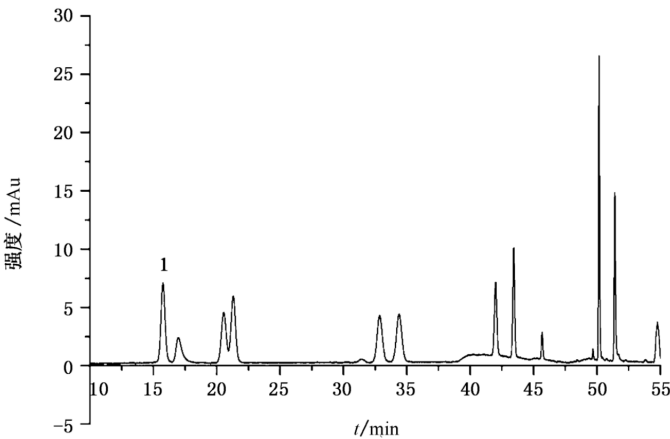
序号	名称	英文名	化学文摘登记号(CAS)	相对分子质量	分子式	结构式
6	2-羟基-4-甲氧基-5-磺酸二苯甲酮	2-Hydroxy-4-Methoxybenzophenone-5-Sulfonic Acid	4065-45-6	308	$C_{14}H_{12}O_5S$	
7	2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮	2,2'-Dihydroxy-4,4'-dimethoxybenzophenone	131-54-4	274	$C_{15}H_{14}O_5$	
8	5-氯-2-羟基二苯甲酮	(5-chloro-2-hydroxyphenyl)-phenylmethanone	85-19-8	232.5	$C_{13}H_9ClO_2$	
9	2,2'-二羟基-4-甲氧基二苯甲酮	2,2'-Dihydroxy-4-methoxybenzophenone	131-53-3	244	$C_{14}H_{12}O_4$	
10	2,3,4-三羟基二苯甲酮	2,3,4-Trihydroxybenzophenone	1143-72-2	230	$C_{13}H_{10}O_4$	
11	2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮	Octabenzone	1843-05-6	326	$C_{21}H_{26}O_3$	

附 录 B

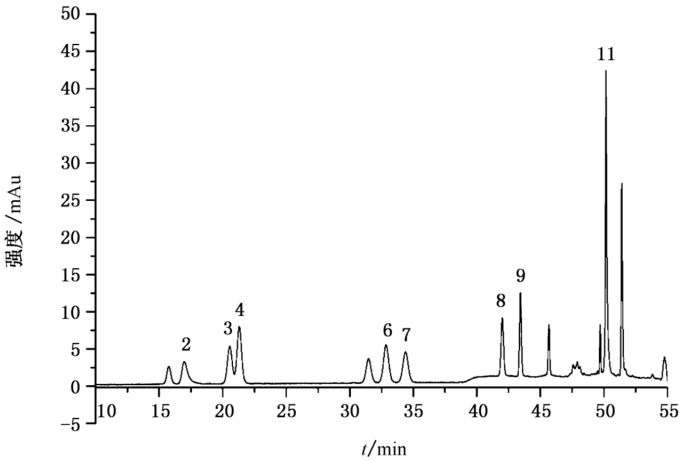
(资料性附录)

二苯甲酮类紫外线吸收剂 HPLC/DAD 色谱图

二苯甲酮类紫外线吸收剂 HPLC/DAD 色谱图见图 B.1。

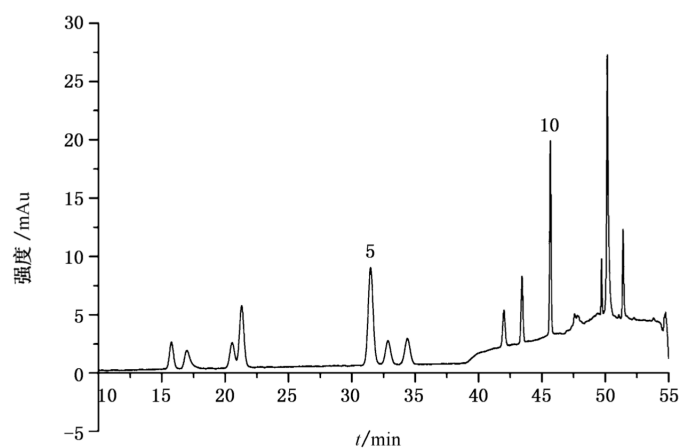


a) 310 nm 时二苯甲酮类紫外线吸收剂 (2 mg/L) HPLC/DAD 色谱图



b) 280 nm 时二苯甲酮类紫外线吸收剂 (2 mg/L) HPLC/DAD 色谱图

图 B.1 二苯甲酮类紫外线吸收剂 HPLC/DAD 色谱图



c) 258 nm 时二苯甲酮类紫外线吸收剂(2 mg/L)HPLC/DAD 色谱图

说明:

- 1 ——2,3,4-三羟基二苯甲酮,16.129 min;
- 2 ——2-羟基-4-甲氧基-5-磺酸二苯甲酮,17.732min;
- 3 ——2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮,21.008 min;
- 4 ——4-羟基二苯甲酮,21.737 min;
- 5 ——二苯甲酮,32.023 min;
- 6 ——2,2'-二羟基-4-甲氧基二苯甲酮,33.502 min;
- 7 ——2,4-二羟基二苯甲酮,35.071 min;
- 8 ——2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮,42.356 min;
- 9 ——2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮,43.669 min;
- 10——5-氯-2-羟基二苯甲酮,45.803 min;
- 11——2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮,50.211 min。

图 B.1 (续)

附 录 C

(资料性附录)

二苯甲酮类紫外线吸收剂光谱图

二苯甲酮类紫外线吸收剂光谱图见图 C.1。

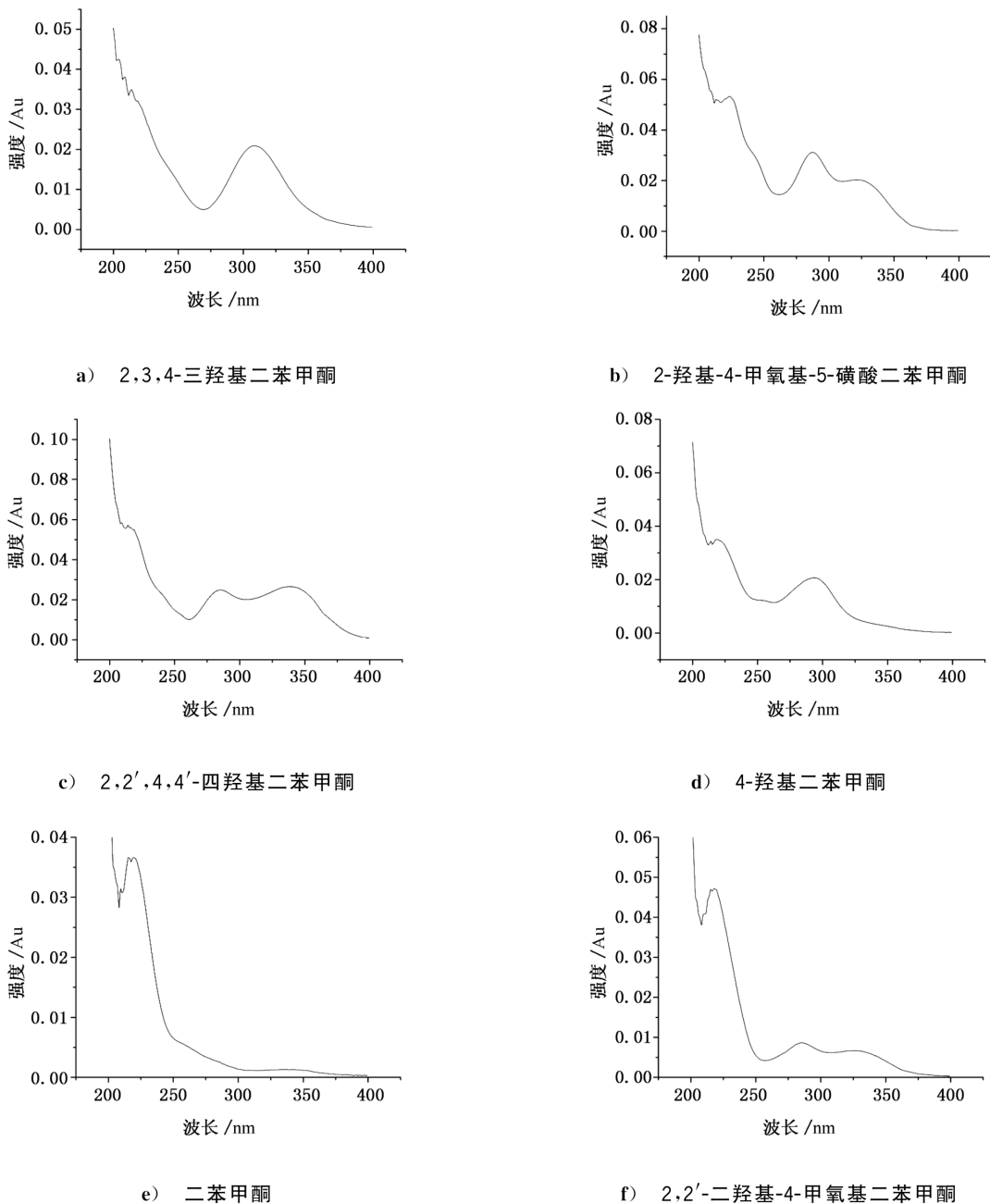
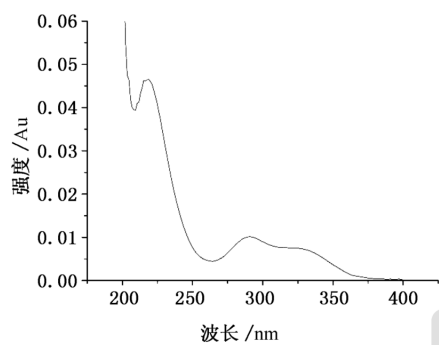
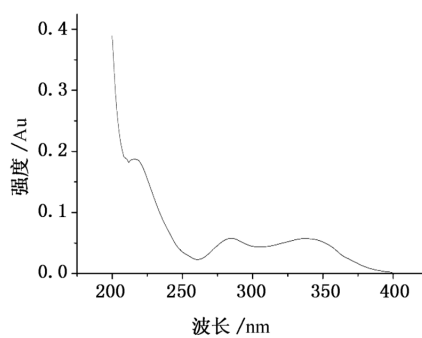


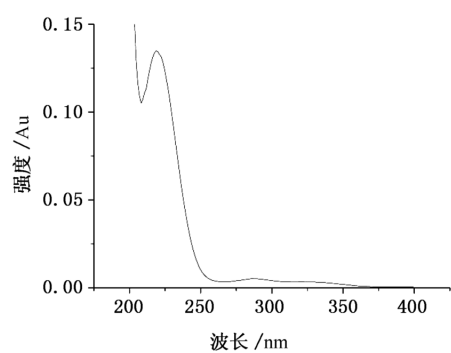
图 C.1 二苯甲酮类紫外线吸收剂的紫外光谱图



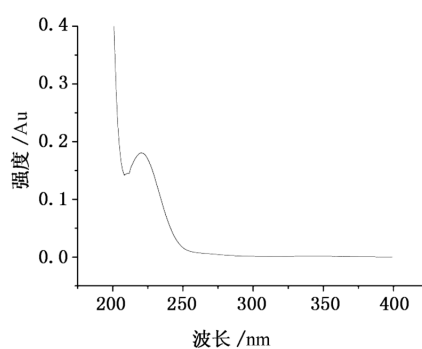
g) 2,4-二羟基二苯甲酮



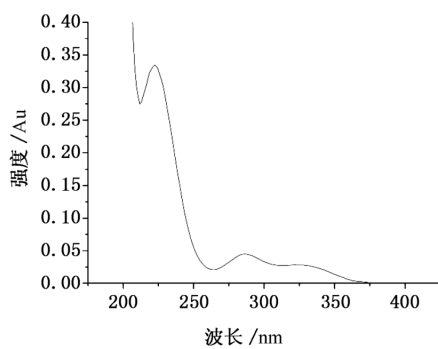
h) 2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮



i) 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮



j) 5-氯-2-羟基二苯甲酮



k) 2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮

图 C.1 (续)