

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4118—2015

### 油漆和涂料中短链氯化石蜡含量的测定

Determination of short-chain chlorinated paraffins in paints and coatings

2015-02-09 发布

2015-09-01 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：中华人民共和国山西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：薛平、杜利君、姚亚婷、翟金义、郭小喜、赵悠悠、张鑫鑫、王东斌。

## 油漆和涂料中短链氯化石蜡含量的测定

### 1 范围

本标准规定了油漆和涂料中短链氯化石蜡(C10~C13)的气相色谱测定法。

本标准适用于油漆和涂料中短链氯化石蜡(C10~C13)含量的测定。

### 2 方法提要

试样经正己烷超声萃取,萃取液经硫酸磺化后离心,离心后上清液经弗洛里硅土固相萃取柱净化后浓缩、定容,用气相色谱仪测定,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有规定,所有试剂均为分析纯。

3.1 正己烷:色谱纯。

3.2 乙酸乙酯:色谱纯。

3.3 浓硫酸( $\rho=1.98\text{ g/mL}$ )。

3.4 洗脱溶剂:正己烷+乙酸乙酯(10+1,V+V)。

3.5 弗罗里硅土固相萃取柱:1 g/3 mL。

3.6 氮气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

3.7 短链氯化石蜡(C10~C13)标准溶液:100  $\mu\text{g/mL}$ ,含氯量为55.5%。

3.8 短链氯化石蜡(C10~C13)标准溶液:100  $\mu\text{g/mL}$ ,含氯量为51.5%。

3.9 短链氯化石蜡(C10~C13)标准溶液:100  $\mu\text{g/mL}$ ,含氯量为63%。

3.10 短链氯化石蜡标准工作溶液:10  $\mu\text{g/mL}$ ,分别取短链氯化石蜡(C10~C13)标准溶液(3.7,3.8,3.9) 1.0 mL,用正己烷稀释定容至10 mL。

### 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:带电子俘获检测器(ECD)和自动进样器。

4.2 离心机:转速能达到4 000 r/min。

4.3 超声波仪。

4.4 氮吹仪。

4.5 比色管:25 mL。

4.6 分析天平:感量0.1 mg。

### 5 分析步骤

#### 5.1 超声萃取

称取试样0.5 g,精确至0.000 1 g,放入25 mL比色管(4.5)中,加入10.0 mL正己烷(3.1),超声

30 min, 取上层清液, 加入 1 mL 浓硫酸(3.3)磺化, 磺化后溶液于 4 000 r/min 离心 5 min, 若离心液浑浊, 重复磺化步骤至离心液澄清, 待净化。

## 5.2 净化

预先用 3 mL 乙酸乙酯(3.2)、5 mL 正己烷(3.1)淋洗弗罗里硅土固相萃取柱(3.5), 取 1.0 mL 萃取液至经过预淋洗的固相萃取柱, 用 1 mL 的正己烷(3.1)淋洗, 弃去淋洗液, 再用 4 mL 洗脱溶剂(3.4)洗脱, 收集洗脱液于试管中, 在 40 °C 水浴中氮吹至近干, 用 0.5 mL 的正己烷(3.1)定容, 进行气相色谱测定。

## 5.3 气相色谱测定

### 5.3.1 参考气相色谱条件

气相色谱条件为:

- 色谱柱: DM-5 石英毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或相当者。
- 柱温: 初始温度 50 °C; 以 20 °C/min 速率升温到 120 °C; 再以 10 °C/min 的速率升温到 280 °C, 保持 10 min。
- 进样口温度: 280 °C。
- 检测器温度: 300 °C。
- 载气: 高纯氮气, 1.0 mL/min。
- 尾吹气: 高纯氮气, 60 mL/min。
- 进样量: 1 μL, 不分流, 0.75 min 后开阀。

### 5.3.2 气相色谱检测

按上述分析条件(5.3.1)对待测溶液进行分析, 根据样液中短链氯化石蜡含量情况, 选定峰面积, 相近的标准工作溶液。标准工作液和样液等体积参插进样测定。对短链氯化石蜡的整个流出峰进行积分, 得到峰面积的组合, 利用外标法进行定量, 短链氯化石蜡的典型色谱图参见附录 A。

注: 如果待测溶液浓度不在曲线的范围以内, 需稀释后再测定。

## 5.4 空白试验

除不加试样外, 均按上述测定条件和步骤进行。

## 6 结果计算

按公式(1)进行结果计算:

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$  —— 试样中短链氯化石蜡的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

$c_i$  —— 从校准曲线上得到的样品溶液中短链氯化石蜡的浓度, 单位为微克每毫升(μg/mL);

$c_0$  —— 从校准曲线上得到的空白溶液中短链氯化石蜡的浓度, 单位为微克每毫升(μg/mL);

$V$  —— 样品溶液的最终定容体积, 单位为毫升(mL);

$f$  —— 稀释因子;

$m$  —— 试样质量, 单位为克(g)。

结果取两次测定的平均值, 保留至 3 位有效数字。

## 7 精密度

### 7.1 重复性

同一操作者用同一仪器在恒定的实验条件下对同一个测定物质,按正常和正确的实验方法操作,获得的两个连续测定结果之间的差,不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

### 7.2 再现性

不同操作者,不同实验室对同一测定物质,按正常和正确的实验方法操作,获得的两个连续测定结果之间的差,不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

附 录 A  
(资料性附录)  
短链氯化石蜡的典型色谱图

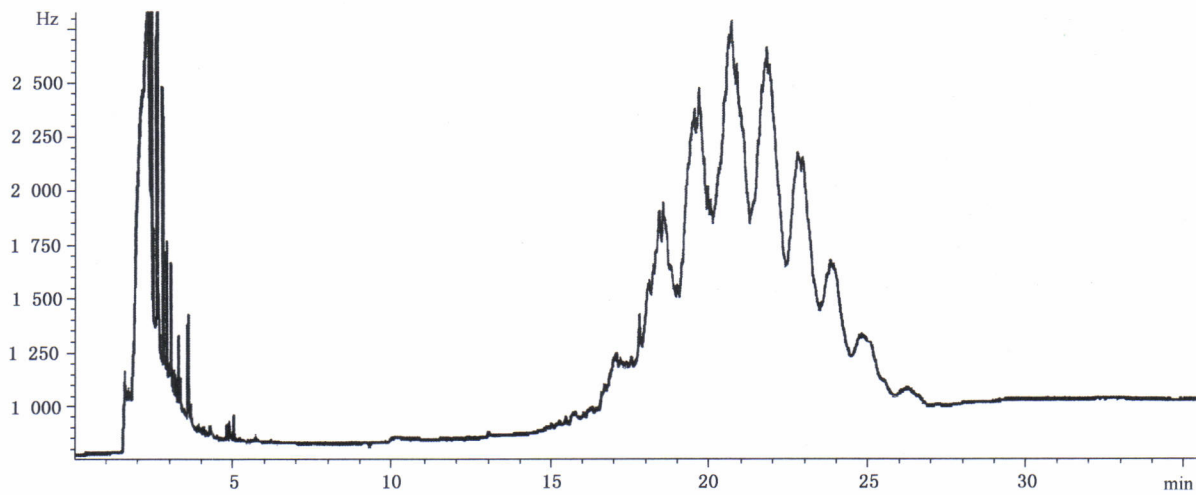


图 A.1 短链氯化石蜡的典型色谱图

\_\_\_\_\_