



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3695.1—2014

电子电气产品中灭蚁灵的测定 第 1 部分:气相色谱-氢火焰离子化检测器法

Determination of mirex in electrical and electronic products—
Part 1: Gas chromatography-flame ionization detector method

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

SN/T 3695《电子电气产品中灭蚁灵的测定》共分为 2 部分：

——第 1 部分：气相色谱-氢火焰离子化检测器法；

——第 2 部分：气相色谱-质谱法。

本部分为 SN/T 3695 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：李丹、许志钦、杨汝辉、李全忠、刘莹峰、周明辉、翟翠萍、肖前、郑建国。

电子电气产品中灭蚊灵的测定

第1部分:气相色谱-氢火焰离子化检测器法

1 范围

SN/T 3695 的本部分规定了电子电气产品中灭蚊灵含量的气相色谱-氢火焰离子化检测器测定方法。

本部分适用于电子电气产品塑料部件中灭蚊灵的测定。

2 方法提要

样品用正己烷-异丙醇(1+1)微波萃取,萃取液经 C_{18} 固相萃取小柱净化后,浓缩、定容,气相色谱-氢火焰离子化检测器法测定,内标法定量。

3 试剂和材料

3.1 正己烷:色谱纯,纯度 $\geq 99\%$ 。

3.2 异丙醇:色谱纯,纯度 $\geq 99\%$ 。

3.3 灭蚊灵(全氯五环癸烷,CAS号:2385-85-5);纯度 $\geq 97\%$ 。

3.4 八氯萘(CAS登记号:2234-13-1);纯度 $\geq 97\%$ 。

3.5 正己烷-异丙醇(1+1):将正己烷(3.1)和异丙醇(3.2)按等体积比混合均匀。

3.6 标准贮备液(1 000 mg/L):准确称取 25 mg(精确至 0.1 mg)灭蚊灵(3.3),置于 25 mL 容量瓶内,用正己烷-异丙醇(1+1)溶解并定容。

3.7 内标贮备液(1 000 mg/L):准确称取 25 mg(精确至 0.1 mg)八氯萘(3.4),置于 25 mL 容量瓶内,用正己烷-异丙醇(1+1)溶解并定容。

3.8 内标中间液(100 mg/L):准确移取 5 mL 内标贮备液(3.7)于 50 mL 容量瓶内,用正己烷-异丙醇(1+1)定容。

3.9 标准工作溶液:准确移取适量体积的标准贮备液(3.6),用正己烷-异丙醇(1+1)逐级稀释,并移入适量体积的内标溶液(3.8),配制成灭蚊灵浓度分别为 1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L,且内含八氯萘浓度均为 10 mg/L 的标准工作溶液。

3.10 C_{18} 固相萃取小柱:3 mL/500 mg,临用前用 5 mL 正己烷-异丙醇(1+1)活化。

3.11 有机相滤膜:0.45 μm 。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化测器。

4.2 微波萃取仪:额定功率不低于 200 W。

4.3 真空旋转蒸发仪。

4.4 冷冻研磨机。

4.5 分析天平:感量 0.1 mg。

5 试料

将试样剪切为粒径不大于 5 mm 的颗粒,用冷冻研磨机(4.4)研磨至最大粒径不大于 1 mm。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

6.1.1 提取

称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.1 mg)试料置于微波萃取罐内,准确加入 100 μ L 内标中间液(3.8),和 10 mL 正己烷-异丙醇(1+1)(3.5),90 $^{\circ}$ C 下微波萃取 2 h。

6.1.2 净化

将萃取液转移至 C_{18} 固相萃取小柱(3.10),用 20 mL 正己烷-异丙醇(1+1)(3.5)分 5 次~6 次冲洗萃取罐,洗涤液一并过柱,合并收集滤液。真空旋转蒸发至干,准确加入 1 mL 正己烷-异丙醇(1+1)(3.5)溶解残渣,经有机相滤膜(3.11)过滤,待测。

6.2 空白试验

随同样品做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 气相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱分析时被测组分与其他组分能得到有效的分离,下列给出的参数证明对测试是可行的:

- 色谱柱:固定相 5% 苯基-聚甲基硅氧烷,30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m;
- 进样口温度:280 $^{\circ}$ C;
- 检测器温度:300 $^{\circ}$ C;
- 柱温:初始温度 160 $^{\circ}$ C、保持 2 min,以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 240 $^{\circ}$ C、保持 2 min,再以 5 $^{\circ}$ C/min 升至 300 $^{\circ}$ C、保持 10 min;
- 载气:氮气,纯度 \geq 99.999%;控制方式:恒流;流速:1.0 mL/min;
- 燃气:氢气,流速:40 mL/min;
- 空气:400 mL/min;
- 进样方式:不分流进样;
- 进样量:1 μ L。

6.3.2 定性、定量测定

将标准工作溶液(3.9)和样液(6.1.2)等体积穿插进样,通过比较试样与标准品的保留时间进行定性。以灭蚁灵和八氯萘的浓度比为横坐标,相应的峰面积比为纵坐标,进行线性回归,绘制校准曲线,内标法定量。若样品中灭蚁灵的响应值超出标准曲线范围,则应将样液用正己烷-异丙醇(1+1)(3.5)稀释适当倍数后重新测定。在上述气相色谱条件下,标准溶液的气相色谱图参见图 A.1。

7 结果计算

按式(1)计算试样中灭蚁灵的含量:

$$X = \frac{(A - A_0 - b \times A_{\text{istd}}) \times c_{\text{istd}} \times V \times N}{a \times A_{\text{istd}} \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中灭蚁灵的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中灭蚁灵的峰面积;

A_0 ——空白试液中灭蚁灵的峰面积;

b ——回归曲线的截距;

A_{istd} ——样液中内标峰面积;

c_{istd} ——样液中内标浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样液体积,单位为毫升(mL);

N ——样液稀释倍数;

a ——回归曲线的斜率;

m ——试料质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留 3 位有效数字。

8 测定低限

本方法的测定低限为 5 mg/kg。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差的绝对值不超过其算术平均值的 10%;在再现性条件下获得的两次独立测定结果的差的绝对值不超过其算术平均值的 15%。

SN/T 3695.1—2014

附 录 A
(资料性附录)
灭蚊灵标准溶液的典型气相色谱图

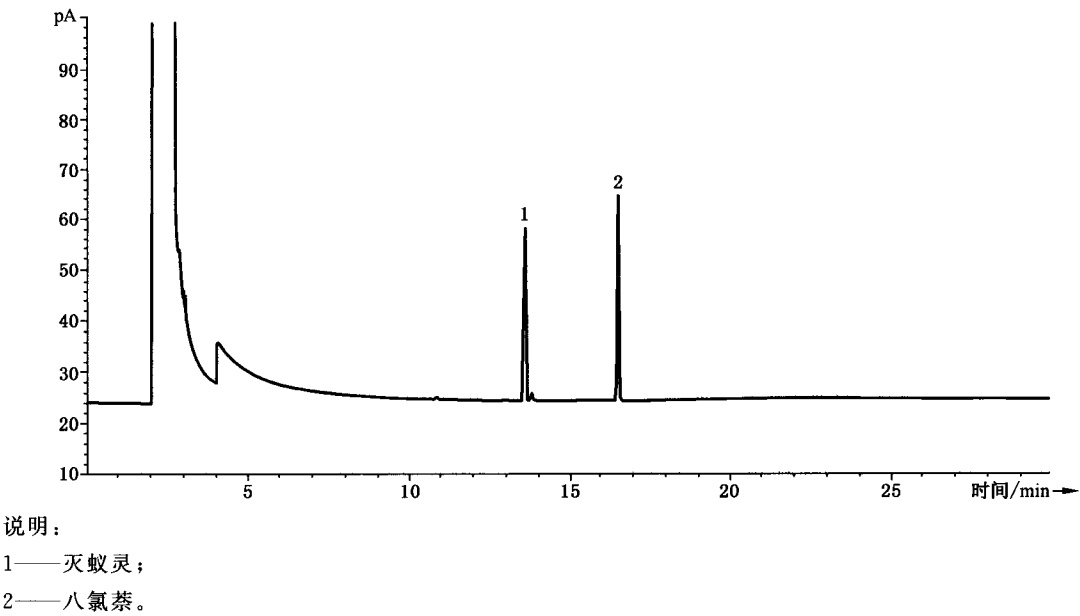


图 A.1 灭蚊灵标准溶液的典型气相色谱图
