



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4423—2016

## 纺织品 聚氯乙烯涂层材料中氯乙烯单体的测定 顶空气相色谱-质谱法

Textiles—Determination of vinyl chloride in polyvinyl chloride coating materials—Headspace gas chromatography-mass spectrometry

2016-03-09 发布

2016-10-01 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：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘芳、孙美蓉、刘敏华、魏孟媛。

## 纺织品 聚氯乙烯涂层材料中氯乙烯单体的测定 顶空气相色谱-质谱法

### 1 范围

本标准规定了纺织品聚氯乙烯涂层材料中残留氯乙烯单体含量的顶空气相色谱-质谱测定方法。  
本标准适用于纺织品聚氯乙烯涂层材料中残留氯乙烯单体含量的测定。

### 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

用 *N,N*-二甲基乙酰胺溶解聚氯乙烯涂层样品,通过顶空进样,由气相色谱-质谱检测,外标法定量。

### 4 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯。

4.1 *N,N*-二甲基乙酰胺:色谱纯。

4.2 氯乙烯标准储备溶液:1 000  $\mu\text{g/mL}$ ,溶于甲醇或其他合适溶剂。

4.3 氯乙烯标准中间溶液:用 *N,N*-二甲基乙酰胺(4.1)将氯乙烯基准溶液(4.2)稀释到 20  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4 氯乙烯标准工作溶液:在 5 个空白顶空瓶中分别加入 3 mL *N,N*-二甲基乙酰胺,分别加入 20  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ 、200  $\mu\text{L}$ 、400  $\mu\text{L}$ 、1 000  $\mu\text{L}$  的氯乙烯标准中间溶液,立即加盖密封,混合均匀,得到 *N,N*-二甲基乙酰胺中氯乙烯的质量分别为 0.4  $\mu\text{g}$ 、2  $\mu\text{g}$ 、4  $\mu\text{g}$ 、8  $\mu\text{g}$ 、20  $\mu\text{g}$ 。

### 5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪器:配置自动顶空进样器。

5.2 顶空瓶:20 mL,瓶盖带硅橡胶或者丁基橡胶密封垫。

5.3 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

### 6 试验步骤

#### 6.1 样品制备

将聚氯乙烯涂层试样剪成约 5 mm×5 mm 的小片,准确称取 0.5 g(精确至 0.01 g)于顶空瓶(5.2)

中,加入 3 mL *N,N*-二甲基乙酰胺,立即加盖密封,溶解混匀后待测。

6.2 顶空气相色谱-质谱测定

6.2.1 顶空气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出顶空气相色谱-质谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下列给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:DB-5 MS 色谱柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 平衡温度:70 ℃,平衡时间:30 min;
- c) 进样针温度:70 ℃;
- d) 进样量:1 000 μL;
- e) 进样口温度:200 ℃;
- f) 进样模式:分流进样,分流比 10:1,关闭载气节省模式;
- g) 载气:He,流量 1 mL/min;
- h) 升温程序:40 ℃(1 min)  $\xrightarrow{2\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  60 ℃(1 min)  $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  200 ℃(1 min);
- i) 连接线温度:250 ℃;
- j) 质量扫描范围:50 amu~300 amu;
- k) 离子源温度:230 ℃,四级杆温度:150 ℃;
- l) 离子化能量:70 eV。

注:溶剂 *N,N*-二甲基乙酰胺在氯乙烯峰之后出现,对目标物定性定量不造成任何影响,为保护灯丝,建议分时间段屏蔽溶剂。

6.2.2 绘制标准工作曲线

对 4.4 中制备的氯乙烯标准工作溶液在 6.2.1 所列仪器参数下进行检测,以氯乙烯标准工作溶液中氯乙烯的质量[单位为微克(μg)]为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性方程。氯乙烯标准工作溶液的总离子流色谱图和质谱图参见附录 A。

6.2.3 试样检测

对 6.1 中制备的样品在 6.2.1 所列仪器参数下进行检测,如果样液与氯乙烯标准工作溶液的总离子流图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据表 1 中定性离子对其确认。

表 1 氯乙烯特征目标检测离子

化合物名称	保留时间	特征碎片离子 amu		
		定量	定性	丰度比
氯乙烯	1.62 min	62	64,61,63	100:31:9:5

6.3 空白试验

除不加试样外,按上述 6.1 和 6.2 测定步骤进行。

7 结果计算

按式(1)计算氯乙烯单体的含量:

$$X_i = \frac{(A_i - A_0) \times m_s}{A_s \times m}$$

.....( 1 )

- 式中：
- $X_i$  —— 试样中氯乙烯单体含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
  - $A_i$  —— 样液中氯乙烯的峰面积；
  - $A_0$  —— 空白中氯乙烯的峰面积；
  - $A_s$  —— 氯乙烯标准工作溶液中氯乙烯的峰面积；
  - $m_s$  —— 氯乙烯标准工作溶液中氯乙烯的质量,单位为微克( $\mu$ g)；
  - $m$  —— 试样质量,单位为克(g)。

8 试验结果

试验结果以两次试验的平均值表示,结果修约至小数点后 1 位,数值修约按 GB/T 8170 规定进行

9 测定低限

本方法的测定低限为 0.6 mg/kg。

10 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不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

11 试验报告

- 试验报告至少应给出下述内容：
- a) 样品来源及描述；
  - b) 采用的试样前处理方法；
  - c) 采用的定量方法；
  - d) 测试结果；
  - e) 任何偏离本标准的细节；
  - f) 采用的标准；
  - g) 试验日期。

附录 A  
(资料性附录)

氯乙烯标准工作溶液的总离子流色谱图和质谱图

氯乙烯标准工作溶液的总离子流色谱图和质谱图见图 A.1 和图 A.2。

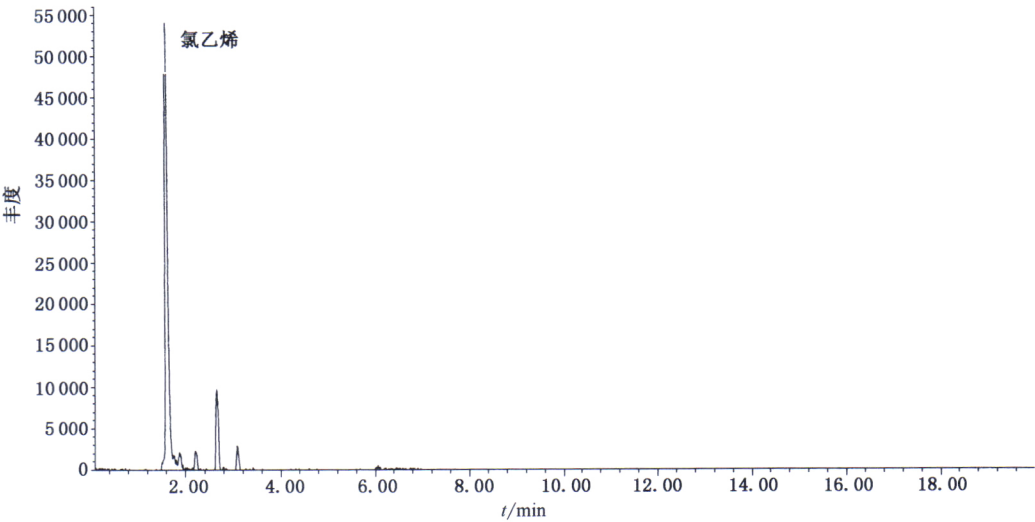


图 A.1 氯乙烯标准工作溶液的总离子流色谱图

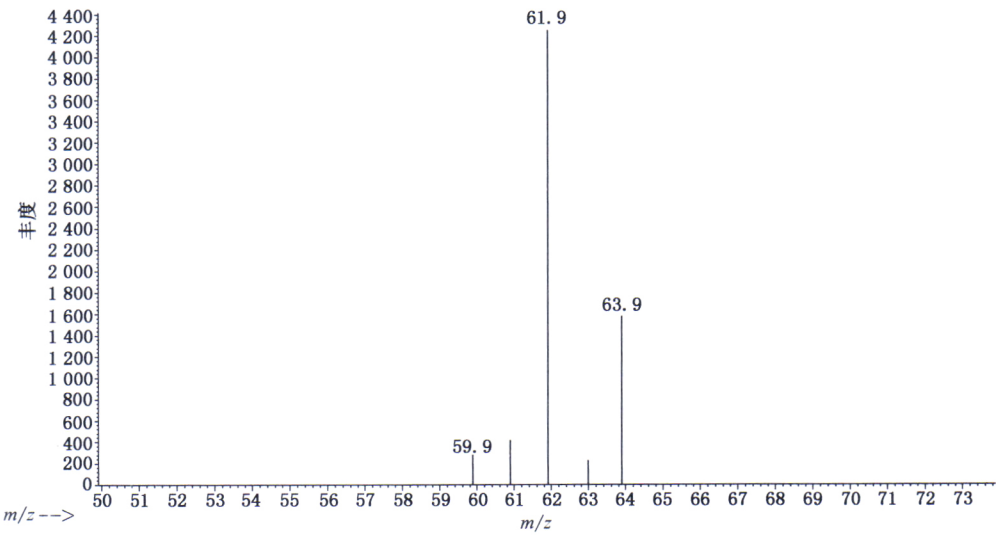


图 A.2 氯乙烯标准工作溶液质谱图