



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4358—2015

进出口纺织品中 1,1-二氯乙烷和 1,2-二氯乙烷的测定 顶空气相色谱法

Determination of 1,1-dichloroethene and 1,2-dichloroethene
in textiles of import and export—Headspace gas chromatography

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纺织品中 1,1-二氯乙烷和 1,
2-二氯乙烷的测定 顶空气相色谱法
SN/T 4358—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2016 年 12 月第一版 2016 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 • 2-30849 定价 14.00 元

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：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张庆、吕庆、陈宝喜、王志娟、孙雷、高友军、白桦、李海玉。

进出口纺织品中 1,1-二氯乙烷和 1,2-二氯乙烷的测定 顶空气相色谱法

1 范围

本标准规定了进出口纺织品中 1,1-二氯乙烷和 1,2-二氯乙烷的顶空气相色谱测定方法。
本标准适用于进出口纺织品中 1,1-二氯乙烷和 1,2-二氯乙烷的测定。

2 原理

将样品剪碎后置于顶空瓶密封,在一定温度和时间条件下平衡,采用顶空气相色谱测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯。

- 3.1 N,N-二甲基甲酰胺(DMF):色谱纯。
- 3.2 1,1-二氯乙烷: CAS 号 75-34-3,纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.3 1,2-二氯乙烷: CAS 号 107-06-2,纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.4 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取标准物质(3.2、3.3)各 100 mg,精确至 0.1 mg,置于 100 mL 容量瓶中,用 DMF 稀释至刻度,分别配制单标储备溶液和混合储备溶液,于 0℃~4℃避光保存,有效期为 6 个月。
- 3.5 标准工作溶液:利用混合储备溶液配制浓度为 4、20、100、200、400、1 000 mg/L 的标准工作溶液,于 0℃~4℃避光保存,有效期为 3 个月。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器(GC-FID)。
- 4.2 顶空自动进样器。
- 4.3 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 4.4 微量移液器,量程 10 μ L~100 μ L,精度 0.1 μ L。
- 4.5 顶空瓶:20 mL。

5 测定步骤

5.1 样品前处理

取有代表性的样品,将其剪碎至小于 3 mm \times 3 mm,混匀,称取 0.2 g 样品(精确至 1 mg)于 20 mL 顶空瓶中(4.5),密封后置于顶空自动进样器。

SN/T 4358—2015

5.2 测定条件

5.2.1 气相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出仪器分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱:HP-5MS 色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),或相当者;
- b) 程序升温:初始温度为 40 ℃,保持 1 min 后以 10 ℃ min 速率升至 150 ℃,保持 3 min;
- c) 进样口温度:250 ℃;
- d) 检测器温度:280 ℃;
- e) 载气流速:1.0 mL/min;
- f) 分流比:20 : 1;
- g) 氢气:30 mL/min;
- h) 空气:300 mL/min。

5.2.2 顶空条件

顶空条件如下:

- a) 平衡温度:100 ℃;
- b) 平衡时间:30 min;
- c) 定量环温度:130 ℃;
- d) 传输线温度:150 ℃;
- e) 进样时间:20 s;
- f) 定量环体积:1 mL。

5.3 标准工作曲线的绘制

分别用微量移液器(4.4)准确移取 50 μL 浓度为 4 mg/L、20 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、1 000 mg/L 的标准工作溶液(3.5),加入盛有 0.2 g 空白样品的顶空瓶(4.5)内,盖紧瓶盖,此时,每份试样中对应的待测物质含量为 0.2 μg、1 μg、5 μg、10 μg、20 μg、50 μg,按照 5.2 的测定条件进行测定,以待测物质含量(单位 μg)为横坐标,以对应的色谱峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。标准物质色谱图参见附录 A。

5.4 试样测定

按 5.2 的测定条件对待测样进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。以色谱峰的保留时间对检出物进行定性,用外标法定量。

5.5 空白试验

除不加试样外,均按步骤 5.1~5.2 进行测定。

6 结果计算

按式(1)计算纺织品中 1,1-二氯乙烷和 1,2-二氯乙烷含量:

$$X = \frac{M}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X ——样品中 1,1-二氯乙烷或 1,2-二氯乙烷的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)；

M ——样品中 1, 1-二氯乙烷或 1,2-二氯乙烷的含量,单位为微克(μg)；

m ——样品的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位,低于测定低限时,试验结果为未检出。

7 测定低限和回收率

本方法对 1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷的测定低限均为 1.0 mg/kg。

在空白样品中添加 1.0 mg/kg、25 mg/kg 和 50 mg/kg 三个浓度,按步骤 5.1~5.4 进行分析,1,1-二氯乙烷的回收率为 95.1%~108.7%,1,2-二氯乙烷的回收率为 101.2%~106.6%。

8 精密度

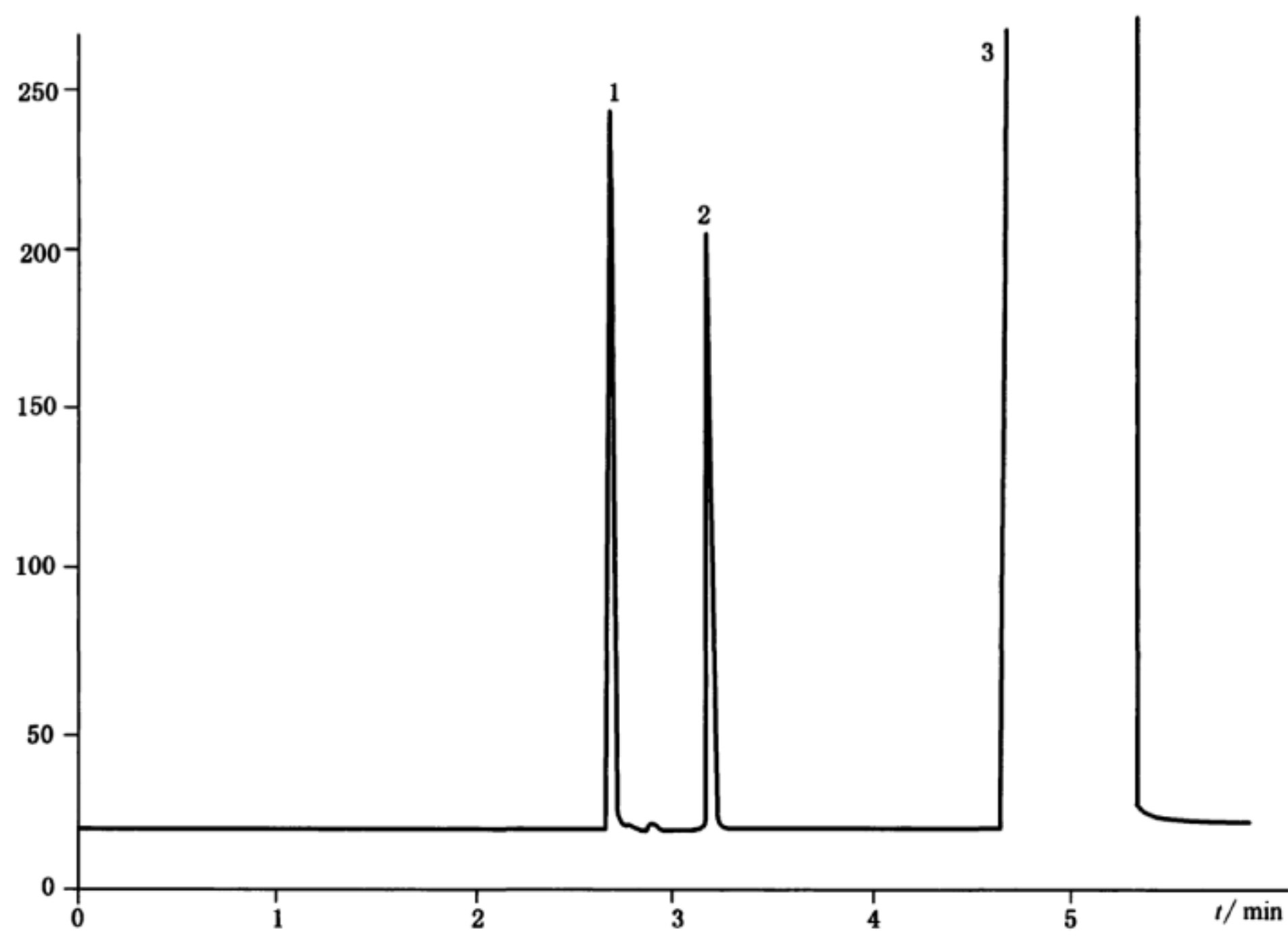
在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以 95%的置信度为前提。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

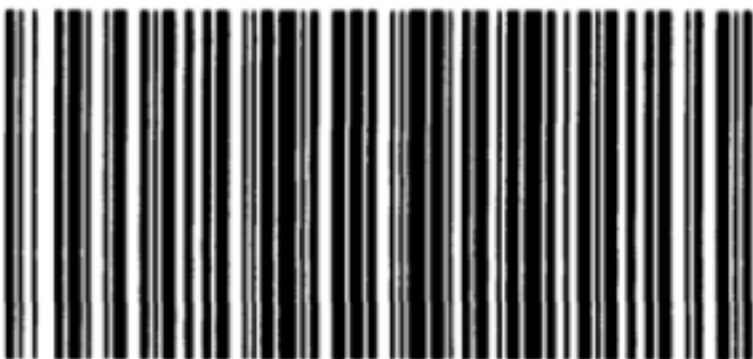
- a) 样品来源及描述；
- b) 使用的标准；
- c) 测试结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
标准物质色谱图



说明：
1——1,1-二氯乙烷,2.69 min;
2——1,2-二氯乙烷,3.19 min;
3——溶剂 DMF。

图 A.1 标准物质的气相色谱图



SN/T 4358-2015

书号:155066 • 2-30849
定价: 14.00 元