

中华人民共和国国家标准

GB/T 44165.3—2024

消费品中重点化学物质检测方法 第3部分：氯代乙烷

Determination of key chemicals in consumer products—
Part 3: Chloroethanes

2024-06-29 发布

2024-06-29 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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 44165《消费品中重点化学物质检测方法》的第3部分。GB/T 44165 已经发布了以下部分：

- 第1部分：短链氯化石蜡；
- 第2部分：苯乙烯迁移量；
- 第3部分：氯代乙烷；
- 第4部分：1,4-二氯苯；
- 第5部分：苯酚；
- 第6部分：丙烯酰胺。

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专利的责任。

本文件由全国消费品安全标准化技术委员会(SAC/TC 508)提出并归口。

本文件起草单位：东莞理工学院、中国标准化研究院、绿城农科检测技术有限公司、九牧厨卫股份有限公司、厦门市清泉鑫科技有限公司、浙江博舟医疗科技有限公司、河北省产品质量安全检测技术中心、国家文教用品质量监督检验中心、北京工业大学、北京市标准化研究院、浙江方信标准技术有限公司。

本文件主要起草人：程发良、马萍、尤坚萍、刘霞、王坤然、房祥静、许丽丹、陈倩雯、陈良权、陈宸、雷炜鑫、李素梅、张敏、沈茂、彭妍妍、包国军、段琦、闫涛、华春翔、叶如意、赵巍巍、李莹、宁秀丽、陈勇锦、彭彬、张宁。

引 言

GB/T 44165《消费品中重点化学物质检测方法》为 GB/T 39498《消费品中重点化学物质使用控制指南》中相关化学物质提供检测方法。

GB/T 44165 为消费品中化学物质检测的统一或补充方法标准,旨在为尚未有相关检测方法标准的消费品中相关化学物质的监管提供技术支撑,拟由 9 个部分构成:

- 第 1 部分:短链氯化石蜡;
- 第 2 部分:苯乙烯迁移量;
- 第 3 部分:氯代乙烷;
- 第 4 部分:1,4-二氯苯;
- 第 5 部分:苯酚;
- 第 6 部分:丙烯酰胺;
- 第 7 部分:多氯萘;
- 第 8 部分:全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA);
- 第 9 部分:六溴环十二烷。



消费品中重点化学物质检测方法

第3部分：氯代乙烷

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了消费品中氯代乙烷含量的气相色谱测定方法。

本文件适用于清洗剂等消费品中氯代乙烷(1,1,2-三氯乙烷,1,1,1,2-四氯乙烷,1,1,2,2-四氯乙烷,五氯乙烷)的测定。消费品中其他产品经过验证后参照本文件进行测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经前处理后,采用配有电子捕获检测器的气相色谱仪进行测定,内标法定量。

5 试剂或材料

5.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

5.2 辅助气(隔垫吹扫和尾吹气):与载气相同的氮气。

5.3 内标物:1-溴丙烷,或试样中不存在的化合物,且该化合物能于色谱图上其他成分完全分离。纯度至少为99%(质量分数)或已知浓度。

5.4 校准化合物:用于校正的化合物,如1,1,2-三氯乙烷、1,1,1,2-四氯乙烷、1,1,2,2-四氯乙烷、五氯乙烷等;纯度至少为98%(质量分数)或已知浓度。

5.5 稀释溶剂:甲醇(色谱纯)。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪,具有以下配置。

6.1.1 分流装置的进样口,并且汽化室内衬可更换。

6.1.2 程序升温控制器。

6.1.3 检测器:电子捕获检测器(ECD)。

6.2 分析天平:精确至 0.1 mg。

6.3 旋涡混匀器:转速不低于 2 000 r/min。

6.4 样品瓶:玻璃材质,容量为 10 mL。

6.5 有机相微孔滤膜:孔径 0.45 μm ,宜使用聚四氟乙烯(PTFE)微孔滤膜。

7 样品制备

将受试样品振摇均匀后,称取约 0.1 g(精确至 0.1 mg)样品于样品瓶(6.4)中,加入适量的稀释溶剂(5.5),旋涡混合 10 min,用稀释溶剂(5.5)定容至 10 mL,使用有机相微孔滤膜(6.5)过滤后待测。

8 气相色谱测试条件

测试结果取决于所使用的仪器,无法给出气相色谱测定的通用参数。采用下列操作条件已被证明是合适的:

- a) 色谱柱:聚二甲基硅氧烷毛细管柱,30 m \times 250 μm \times 1.4 μm ,或相当者;
- b) 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 9 min,再以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 150 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min,然后以 50 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 250 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min;
- d) 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 载气流速:2.0 mL/min;
- f) 分流进样:分流比为 20 : 1;
- g) 进样量:1 μL 。

9 测试步骤

9.1 平行测定

所有试验进行二次平行测定。

9.2 色谱仪参数的优化

按第 8 章给出的参考色谱条件,每次都应使用已知的校准化合物(5.4)对其进行最优化处理,使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。进样量和分流比应相匹配,以免超出色谱柱容量,并在仪器检测器的线性范围内。

9.3 样品的定性分析

按第 7 章步骤制取样品,使用进样器将适量的试液注入气相色谱仪。在相同条件下将校准化合物(5.4)注入色谱仪,以保留时间定性。

9.4 校准

9.4.1 标准样品的配制

分别称取一定量(精确至 0.1 mg)在 9.3 中鉴定出的各种被测化合物的校准化合物于样品瓶(6.4)中,称取的质量与待测样品中所含的各种被测化合物的含量应在同一数量级,再称取与待测化合物同一数量级的内标物(5.3)置于同一样品瓶中,用稀释溶剂(5.5)稀释混合物(其稀释浓度应在仪器检测器线

性范围内,若超出应加大稀释倍数或逐级多次稀释),密封样品瓶并摇匀。

9.4.2 相对校正因子的测试

在与测试试样相同的色谱条件下按 9.2 的规定优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图(见附录 A)。

按式(1)计算每种被测化合物的相对校正因子。

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;

m_{ci} ——校正混合物中被测化合物的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积;

m_{is} ——校正混合物中内标物的质量,单位为克(g);

A_{ci} ——被测化合物的峰面积。

结果保留 3 位有效数字。

9.5 试样的定量测试

9.5.1 按第 7 章步骤制取样品,加入适量的内标物。

9.5.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

9.5.3 将适量按 9.5.1 配制好的试液注入气相色谱仪中,记录色谱图并记录被测化合物的峰面积。

9.6 结果计算

按式(2)计算每种被测氯代乙烷的含量。

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——试样中被测化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_{is} ——内标物的质量,单位为克(g);

A_i ——被测化合物的峰面积;

R_i ——被测化合物的相对校正因子;

m_s ——测试试样的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积。

结果保留 3 位有效数字。

10 检出限

4 种氯代乙烷的测定方法检出限:1,1,2-三氯乙烷 1 mg/kg、1,1,1,2-四氯乙烷 1 mg/kg、1,1,2,2-四氯乙烷 1 mg/kg、五氯乙烷 2 mg/kg;定量限:1,1,2-三氯乙烷 5 mg/kg、1,1,1,2-四氯乙烷 3 mg/kg、1,1,2,2-四氯乙烷 2 mg/kg、五氯乙烷 4 mg/kg。

11 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%。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

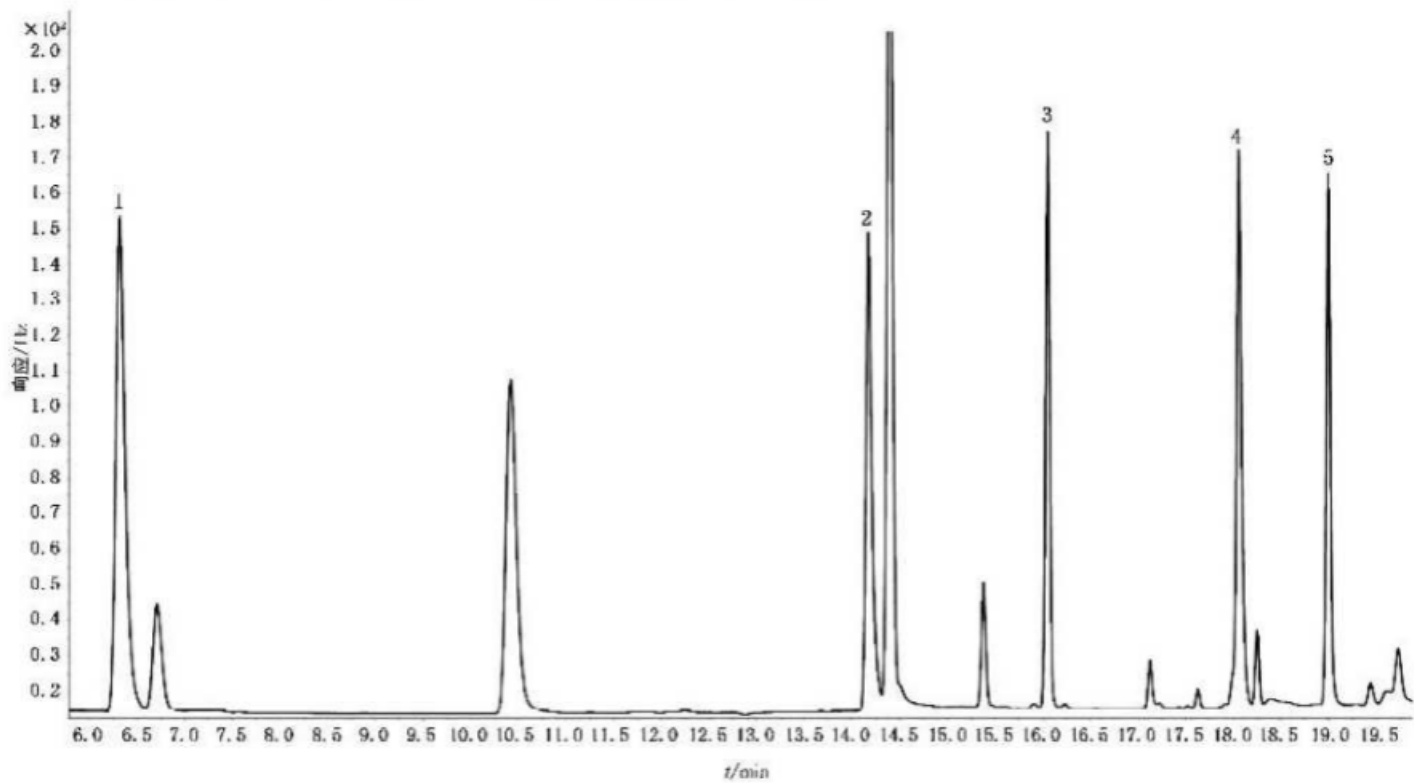
- a) 试样描述；
- b) 本文件编号；
- c) 试验结果；
- d) 与分析步骤的差异；
- e) 在试验中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。



附录 A
(资料性)

氯代乙烷标准化合物及内标物的气相色谱图

氯代乙烷标准化合物及内标物的气相色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

- 1——1-溴丙烷；
- 2——1,1,2-三氯乙烷；
- 3——1,1,1,2-四氯乙烷；
- 4——1,1,2,2-四氯乙烷；
- 5——五氯乙烷。

注：除标记的 5 个峰外，其他峰为标准化合物中存在的其他化合物在 ECD 中的响应。

图 A.1 氯代乙烷标准化合物及内标物的气相色谱图

