

中华人民共和国国家标准

GB/T 41531—2022

纺织品 芬酚和双酚 A 的测定

Textiles—Determination of phenol and bisphenol A

2022-07-11 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

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。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本文件起草单位：大加利(太仓)质量技术检测中心有限公司、中纺标检验认证股份有限公司、淮北市国诚纺织有限责任公司、苏州信而见纳米科技有限公司、浙江辰鸿纺织品科技股份有限公司、浙江捷凯实业有限公司、中纺标(福建)检测有限公司、杭州市质量技术监督检测院、江西省羽绒制品质量监督检验中心、东莞市诺特检测技术服务有限公司、上海市质量监督检验技术研究院。

本文件主要起草人：陆杰、姜文良、郑冬明、韩玉茹、童俊、高彪、韩宁、王凯、许生军、强凯杰、郭强。

纺织品 苯酚和双酚 A 的测定

警示:使用本文件的人员应具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

本文件描述了采用高效液相色谱仪测定纺织品中苯酚和双酚 A 含量的方法。

本文件适用于各类纺织产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经甲醇超声波萃取,提取液经滤膜过滤后,用配有荧光检测器的高效液相色谱仪(HPLC/FLD)或者配有二极管阵列检测器的高效液相色谱仪(HPLC/DAD)测定,外标法定量。

5 试剂

5.1 水:符合 GB/T 6682 的一级水。

5.2 甲醇:色谱级。

5.3 苯酚标准物质:纯度 $\geqslant 99.0\%$,CAS 号:108-95-2。

5.4 双酚 A 标准物质:纯度 $\geqslant 99.0\%$,CAS 号:80-05-7。

5.5 标准储备溶液:准确称取适量的苯酚标准物质(5.3)和双酚 A 标准物质(5.4),用甲醇(5.2)分别配制质量浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液。

注:标准储备溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 温度下避光保存,有效期为 6 个月。

5.6 混合标准工作溶液:根据需要准确移取适量标准储备溶液(5.5),用甲醇(5.2)稀释成适用质量浓度的混合标准工作溶液。至少配制 5 个质量浓度的混合标准工作溶液,可参考表 1。

注:混合标准工作溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,有效期为 1 个月。

表 1 混合标准工作溶液的配制

标准储备溶液的移取体积 mL	定容体积 mL	混合标准工作溶液的质量浓度 mg/L
0.5	100	0.5
1	100	1
2	100	2
5	100	5
10	100	10

6 设备和仪器

- 6.1 高效液相色谱仪:配有荧光检测器(FLD)或者配有二极管阵列检测器(DAD)。
 - 6.2 超声波清洗器:工作频率为 40 kHz, 工作温度为(35±5)°C。
 - 6.3 天平:分度值分别为 0.1 mg 和 0.01 g。
 - 6.4 玻璃提取瓶:容量为 40 mL, 带旋盖。
 - 6.5 聚四氟乙烯滤膜:孔径为 0.45 μm。

7 分析步骤

7.1 试样的制备和提取

取有代表性试样,将其剪碎至5 mm×5 mm以下,混匀。从混合样中称取1 g,精确至0.01 g,将试样置于玻璃提取瓶(6.4)中,在玻璃提取瓶(6.4)中加入30 mL甲醇(5.2),旋紧盖子,将玻璃提取瓶(6.4)置于超声波清洗器(6.2)中,35 °C提取(40±2)min,之后冷却至室温,提取液经聚四氟乙烯滤膜(6.5)过滤作为样液供仪器分析。

7.2 标准工作曲线

移取混合标准工作溶液(5.6),参照附录A的A.1给出的仪器分析条件进行测定。以苯酚或双酚A的质量浓度为横坐标,对应色谱峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。

7.3 定性定量分析

通过比较被测物质与标准物质在色谱图中的保留时间和光谱图进行定性分析, 使用外标法定量。仪器分析条件见 A.1, 采用 A.1 的分析条件时, 苯酚和双酚 A 的液相色谱图见图 A.1 和图 A.2。

8 结果计算和表示

按公式(1)分别计算苯酚和双酚A的含量,计算结果精确到小数点后一位,试验结果以苯酚和双酚A的含量分别表示。

式中：

X ——试样中苯酚或双酚 A 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 c_s ——经标准工作曲线计算得到的样液中的苯酚或双酚 A 的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 V ——试样萃取液体积,单位为毫升(mL);
 f ——稀释因子;
 m ——试样质量,单位为克(g)。

9 方法的定量限

9.1 HPLC/FLD 法苯酚的定量限为 1.0 mg/kg, 双酚 A 的定量限为 2.0 mg/kg。

9.2 HPLC/DAD 法苯酚的定量限为 10.0 mg/kg, 双酚 A 的定量限为 10.0 mg/kg。

10 精密度

在 95% 的置信水平下,在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,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应不大于算术平均值的 10%。

11 试验报告

试验报告至少应给出下述内容:

- a) 采用本文件;
- b) 样品来源及描述;
- c) 采用的检测器种类;
- d) 测试结果;
- e) 任何偏离本文件的细节;
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性)
苯酚和双酚 A 的液相色谱分析

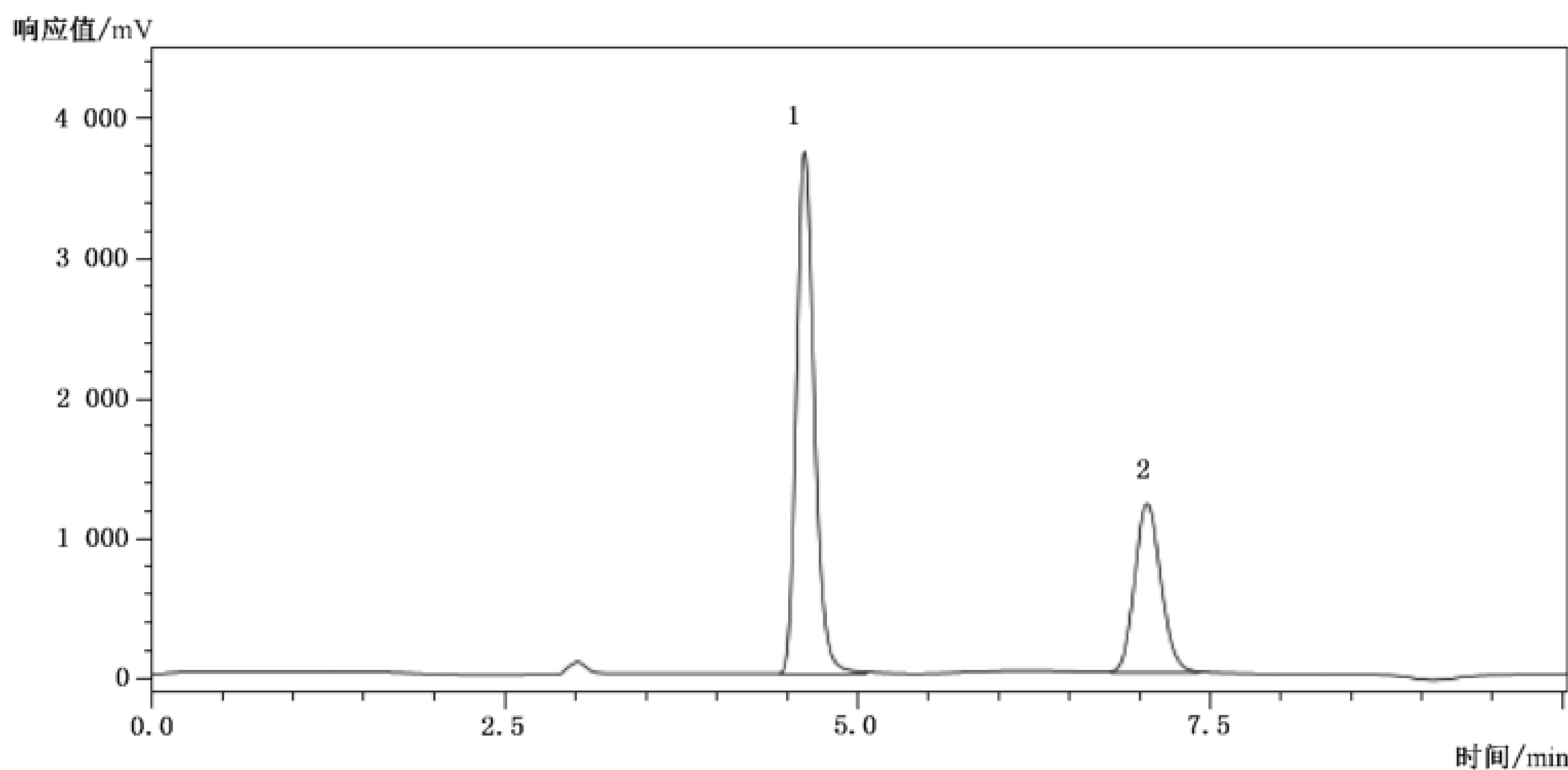
A.1 液相色谱分析条件

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

- a) 色谱柱: C_{18} ($5\ \mu\text{m}$), $250\ \text{mm}\times 4.6\ \text{mm}$,或相当者;
- b) 流量: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$;
- c) 柱温: $30\ ^\circ\text{C}$;
- d) 进样量: $10\ \mu\text{L}$;
- e) 流动相:甲醇与水的比例为 $70/30$;
- f) FLD 检测波长:激发波长为 $270\ \text{nm}$,发射波长为 $313\ \text{nm}$,或 DAD 检测波长: $280\ \text{nm}$ 。

A.2 液相色谱图

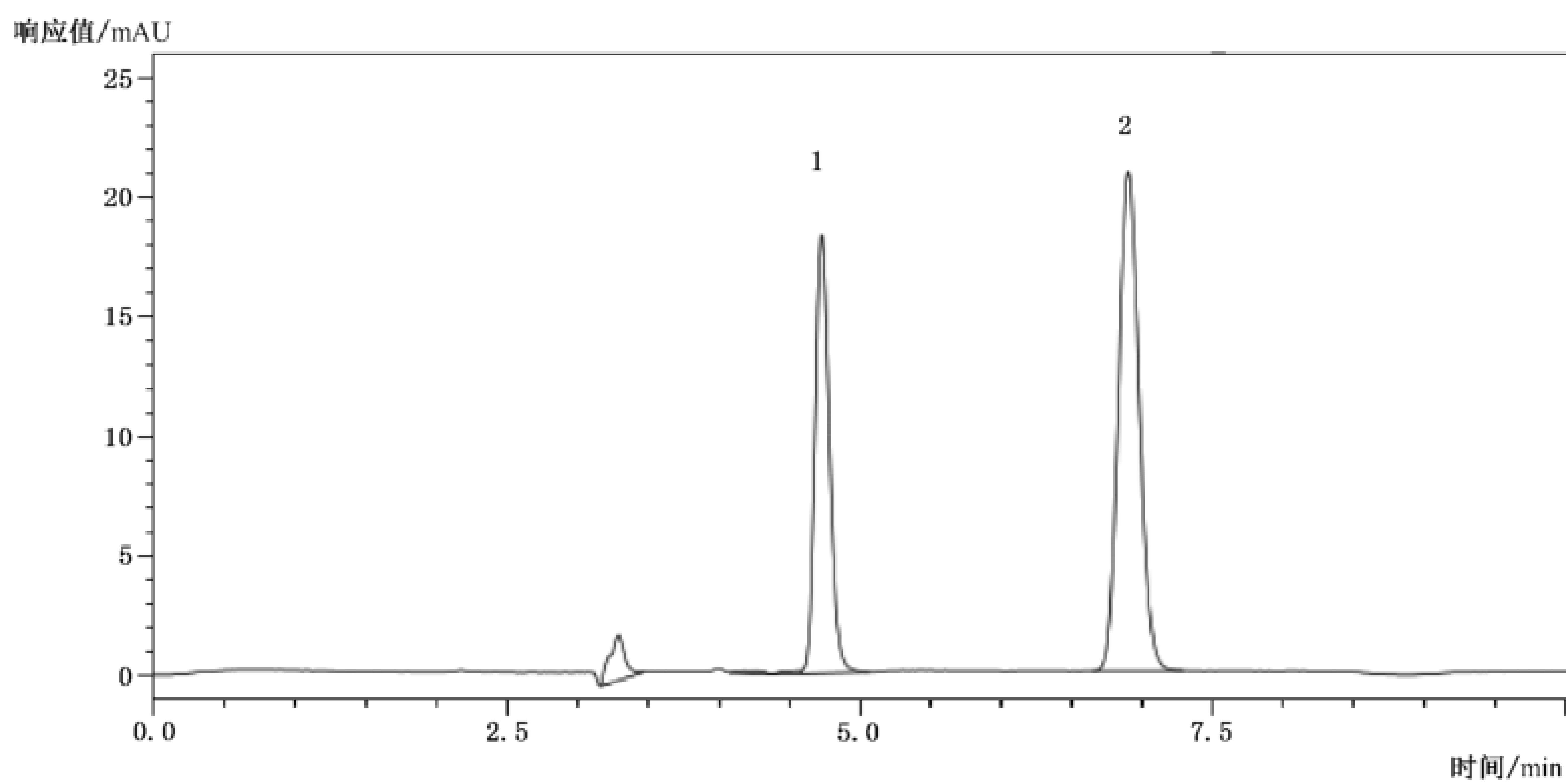
图 A.1 为苯酚和双酚 A 的高效液相色谱 FLD 色谱图,图 A.2 为苯酚和双酚 A 的高效液相色谱 DAD 色谱图。图 A.3 和图 A.4 为苯酚和双酚 A 的紫外吸收光谱图。



标引序号说明:

- 1——苯酚;
- 2——双酚 A。

图 A.1 苯酚和双酚 A 的高效液相色谱 FLD 色谱图



标引序号说明：

1——苯酚；

2——双酚 A。

图 A.2 芳香和双酚 A 的高效液相色谱 DAD 色谱图

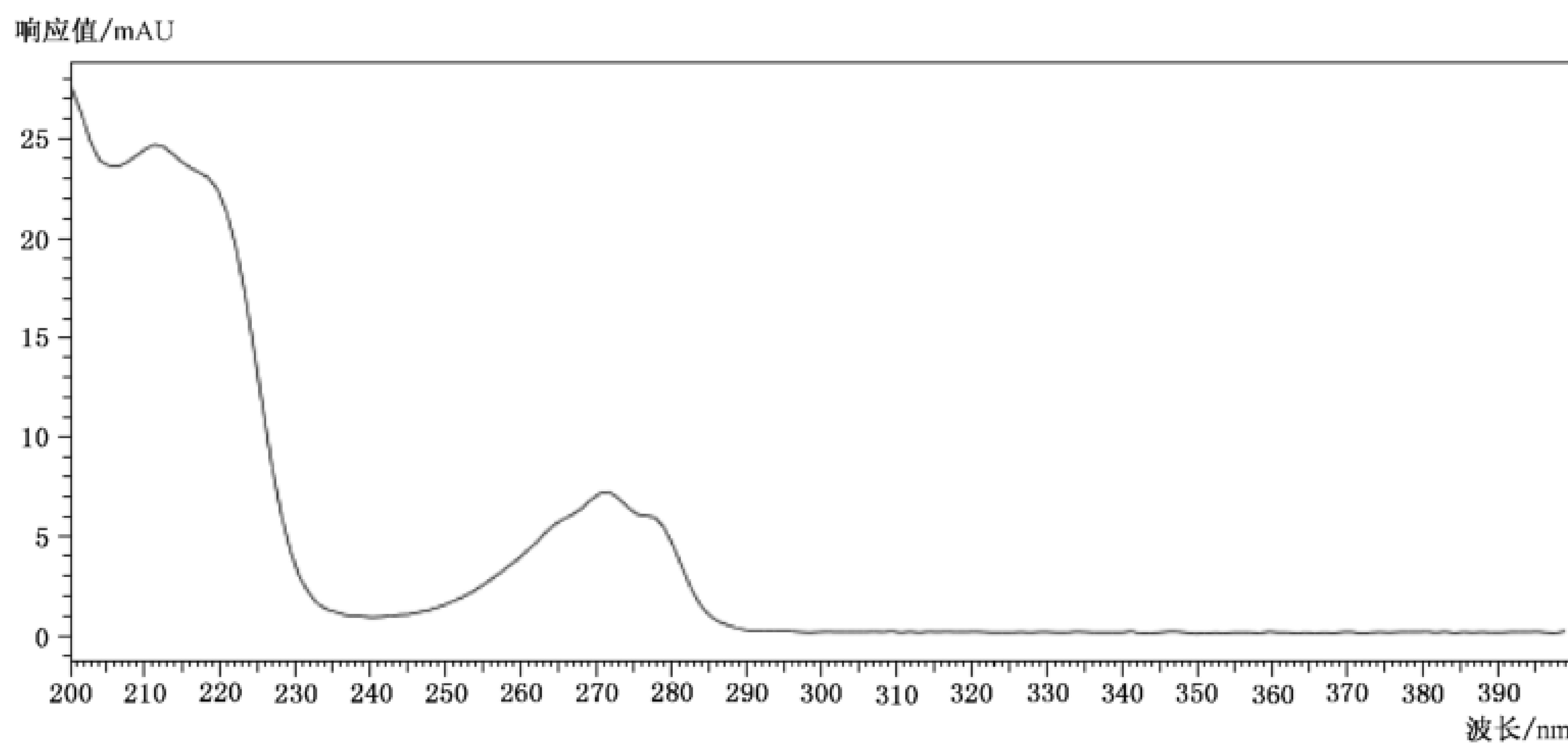


图 A.3 芳香的紫外吸收光谱图

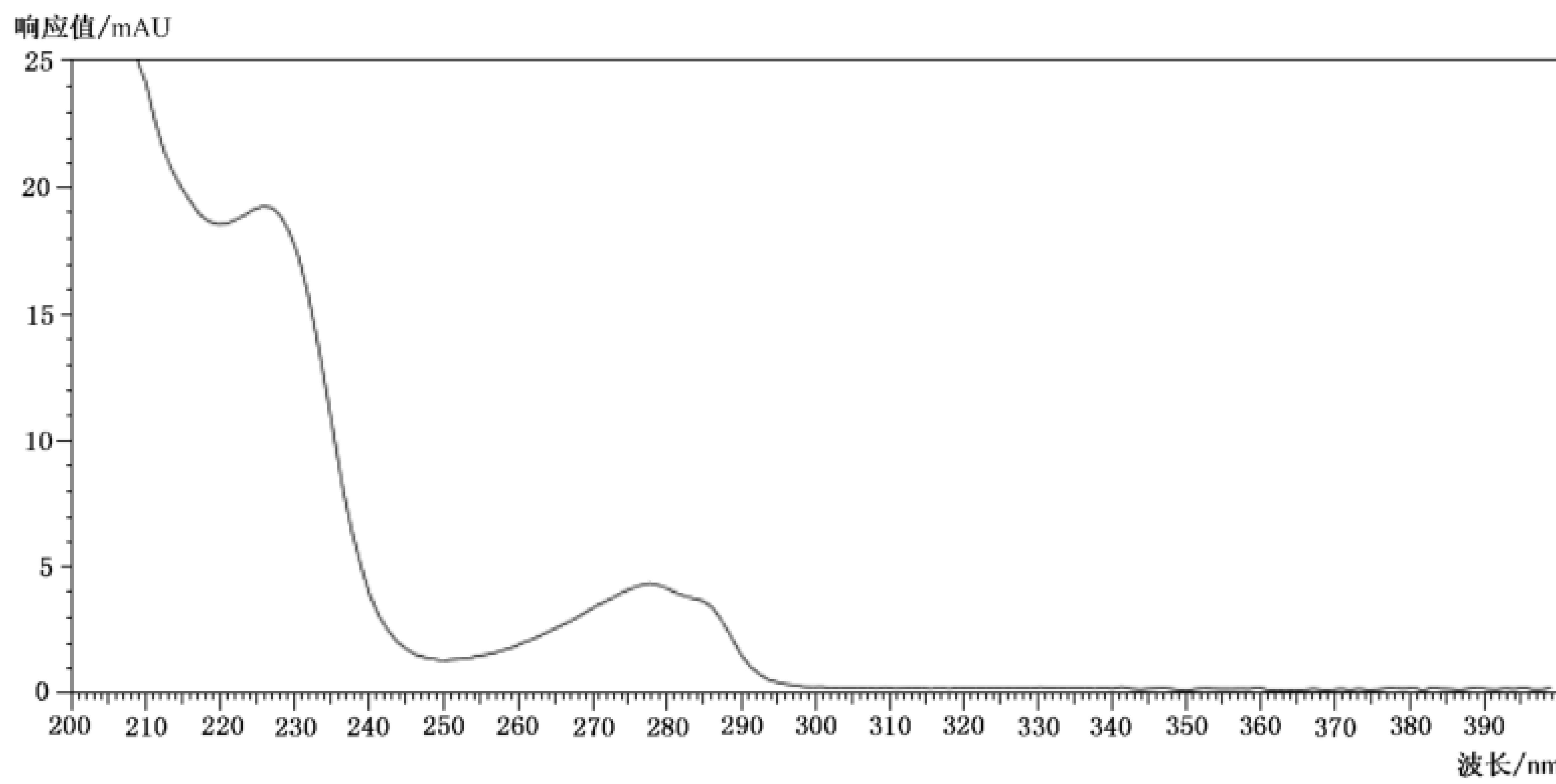


图 A.4 双酚 A 的紫外吸收光谱图