



中华人民共和国国家标准

GB/T 44165.4—2024

消费品中重点化学物质检测方法 第4部分：1,4-二氯苯

Determination of key chemicals in consumer products—
Part 4: 1, 4 - dichlorobenzene



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4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：浙江天鸿汽车用品股份有限公司、佛山市顺德区美的洗涤电器制造有限公司、浙江好易点智能科技有限公司、中国标准化研究院、厦门坤锦电子科技有限公司、浙江雅士迪汽车智能科技股份有限公司、北京市产品质量监督检验研究院、绿城农科检测技术有限公司、山东省产品质量检验研究院、中国检验检疫科学研究院、北京工业大学、浙江方信标准技术有限公司。

本文件主要起草人：薛宵、孙娅娜、王珍、刘霞、王坤然、陈统钗、黄石、黄树福、吴文、许丽丹、胡艳红、李素梅、陈倩雯、房祥静、周贵华、吴芳、刘小文、华春翔、段琦、彭妍妍、彭永伦、张智力、张庆、包国军、江洲、苏雪妍、张磊。



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4部分：1,4-二氯苯

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

本文件描述了采用顶空气相色谱-质谱法测定消费品中1,4-二氯苯的方法。

本文件适用于含空气清洗剂、除臭剂、杀虫剂、防霉剂等含有液体材料的消费品（除家具外）中1,4-二氯苯的测定，其他材料制成的消费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

在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中挥发性组分向液上空间挥发，产生蒸气压，在气液两相达到热力学动态平衡。气相中的挥发性有机物进入气相色谱分离后，用质谱仪进行检测。采用特征离子的相对丰度比和色谱峰的保留时间进行定性，外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯。

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 一级水。

5.3 氯化钠(NaCl)：优级纯。在马弗炉400℃灼烧4h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中保存。

5.4 载气：高纯氮气，不小于99.999%。

5.5 标准品：1,4-二氯苯($C_6H_4Cl_2$ ，CAS号：106-46-7)；纯度大于99.5%。

5.6 标准储备液：称取一定量的标准品(5.5)，用甲醇(5.1)配制成质量浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。

5.7 标准中间液：取0.1 mL标准储备液(5.6)，用甲醇(5.1)定容至100 mL，配制成质量浓度为1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液。

5.8 标准工作液：分别取0.025 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL标准中间液(5.7)于

100mL 容量瓶中,用水或 1% 甲醇定容至刻度,配制成质量浓度为 0.25 $\mu\text{g/L}$ 、0.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 1,4-二氯苯标准工作液。该标准工作液现用现配。

6 仪器设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪,配有电子轰击电离源(EI 源)。
- 6.2 顶空进样器。
- 6.3 超声波清洗机。
- 6.4 电子天平:精确至 0.001 g。
- 6.5 顶空瓶:规格为 20 mL,带密封垫(聚四氟乙烯)及压盖。
- 6.6 具塞三角瓶:规格为 100 mL。
- 6.7 容量瓶:规格为 100 mL。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

称取试样约 5.000 g(精确至 1 mg)于 100 mL 具塞三角瓶中,加水 80 mL,混匀备用;对于难溶于水的试样,加入 1 mL 甲醇分散后加水 80 mL 左右,混匀备用。用超声波清洗机提取 30 min,提取液转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度备用。在设定的仪器条件下,取待测样液 10.0 mL 于已加入 1.0 g NaCl 的顶空瓶内,立即压上瓶盖轻轻摇匀,待气相色谱-质谱仪进行分析。

7.2 气相色谱/质谱条件

7.2.1 顶空条件

顶空进样系统参考工作条件如下:

- a) 顶空温度:80 $^{\circ}\text{C}$;
- b) 平衡时间:30 min;
- c) 进样温度:120 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样体积:1.0 mL;
- e) 传输线温度:130 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2.2 气相色谱条件

测试结果取决于所使用的仪器,无法给出气相色谱通用参数。下列给出的参数已被证明是可行的:

- a) 毛细管柱:DB-624(30 m \times 0.25 mm,1.4 μm)(6% 氰丙基/苯基、94% 聚二甲基硅氧烷),也可使用其他等效毛细柱;
- b) 柱流量:1.0 mL/min;
- c) 分流比:50:1;
- d) 进样口温度:220 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$ (保持 5 min),以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 120 $^{\circ}\text{C}$,再以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 220 $^{\circ}\text{C}$ (保持 5 min)。

7.2.3 质谱条件

测试结果取决于所使用的仪器,无法给出质谱的通用参数。下列给出的参数已被证明是可行的:

- a) EI 源；
- b) 离子化能量:70 eV；
- c) 离子源温度:230 ℃；
- d) 四级杆温度:150 ℃；
- e) 溶剂延迟:5 min；
- f) 扫描方式:选择离子监测模式(SIM)；
- g) 监测离子:定量离子为 146,定性离子为 111、148。

8 定性及定量分析

8.1 定性分析

按上述分析条件(7.1、7.2)对标准溶液及试样溶液进行分析,采用特征离子对的相对丰度比和色谱峰的保留时间进行定性。如果检出的色谱峰的保留时间和标准溶液相一致(变化范围在±2.5%之内),并且所选择的监测离子的相对丰度比与标准品的离子的相对丰度比的偏差在规定允许的范围内(见表 1),则可认为试样中存在目标化合物,1,4-二氯苯的色谱图见附录 A。

表 1 定性判断时离子相对丰度的最大允许偏差

离子相对丰度 $k/\%$	最大允许偏差/ $\%$
$k>50$	±10
$20<k\leq50$	±15
$10<k\leq20$	±20
$k\leq10$	±50

8.2 定量测定

在 7.2 的仪器条件下,分别取标准工作液(5.8)10.0 mL 于已加入 1.0 g NaCl 的顶空瓶内,立即压上瓶盖轻轻摇匀,依次进样,记录色谱图,以标准溶液浓度为横坐标、定量离子峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,线性相关系数应≥0.99,外标法定量。

8.3 空白试验

除不加试样外,均按照第 7 章和第 8 章的分析步骤进行。

9 数据处理

按公式(1)计算试样中 1,4-二氯苯的总量:

$$w = \frac{(\rho_A - \rho_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w —— 试样中 1,4-二氯苯的质量分数,单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$);
- ρ_A —— 试样溶液中 1,4-二氯苯的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- ρ_0 —— 空白实验溶液中 1,4-二氯苯的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V —— 试样的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。
检测结果保留 3 位有效数字。

10 方法检出限及定量限

本方法对 1,4-二氯苯的检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 15%。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试验样品的描述;
- b) 本文件编号;
- c) 试验结果;
- d) 与规定的分析步骤的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。



附录 A
(资料性)
1,4-二氯苯标准物质

A.1 1,4-二氯苯标准物质的总离子流图见图 A.1。

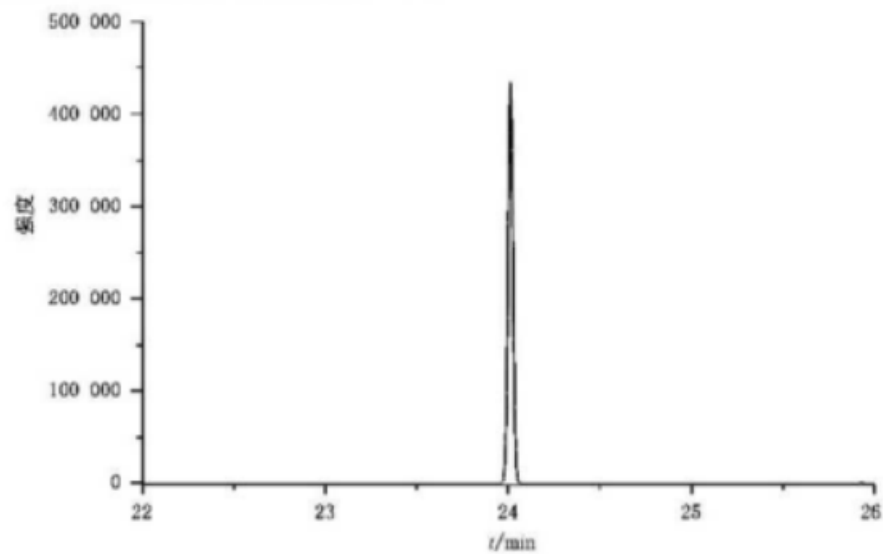


图 A.1 1,4-二氯苯标准物质的总离子流图(10 μg/L)

A.2 1,4-二氯苯标准物质的选择离子色谱图见图 A.2。

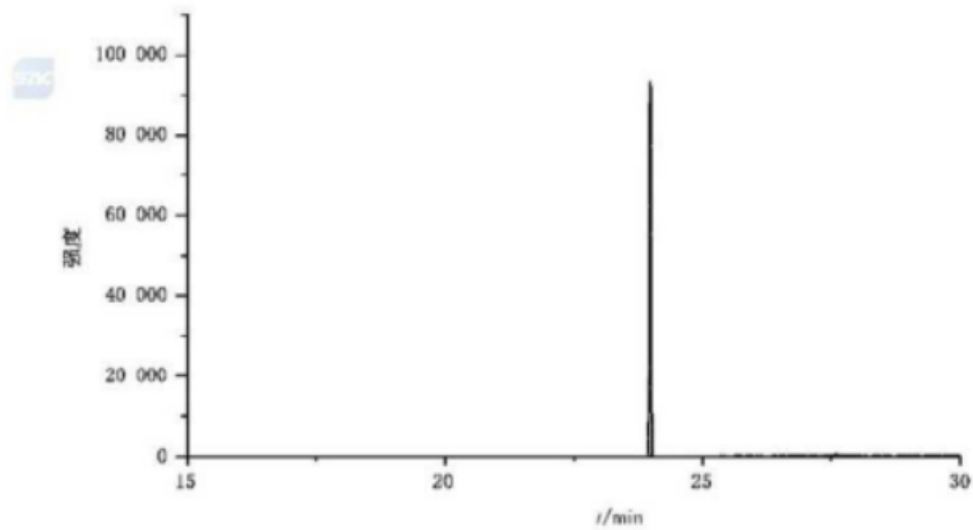


图 A.2 1,4-二氯苯标准物质的选择离子色谱图(10 μg/L)

