

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

纺织染整助剂产品中含氯有机溶剂的测定

Determination of the chlorinated organic solvents in textile dyeing and finishing auxiliaries

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

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这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：传化智联股份有限公司、南京海关工业产品检测中心、杭州传化精细化工有限公司、苏州大学、福建纤维检验局、深圳市检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人：赵婷、汤娟、张彰、王文利、丁友超、袁碧云、朱峰、李许、周佳、周宇航。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

纺织染整助剂产品中含氯有机溶剂的测定

1 范围

本文件规定了采用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）测定纺织染整助剂产品中18种含氯有机溶剂（见附录A）的方法。

本文件适用于各种纺织染整助剂产品中含氯有机溶剂的测定。

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（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 8170—2008 数据修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样在饱和氯化钠溶液中经正十四烷提取后，用气相色谱-质谱联用仪测定。根据含氯有机溶剂的色谱保留时间和质谱离子丰度进行定性分析，以外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的三级水。

5.1 正十四烷：色谱级。

5.2 无水硫酸钠。

5.3 18种含氯有机溶剂标准物质：纯度 $\geq 99\%$ （质量分数），见附录A。

5.4 饱和氯化钠溶液：向100 mL水中加入氯化钠，直至有晶体析出。

5.5 标准储备溶液，10 g/L：分别准确称取100 mg标准物质（5.3）（精确至0.1 mg）于10 mL容量瓶中，分别用正十四烷（5.1）溶解并定容至刻度。

注：标准储备溶液保存在（0~4）℃的环境中，有效期为6个月。

5.6 混合标准工作溶液：分别移取 0.5 mL 标准储备溶液（5.5），置于 10 mL 容量瓶中，并用正十四烷（5.1）定容至刻度，配制成 500 mg/L 的混合标准工作液。根据需要用正十四烷（5.1）逐级稀释，配制成所需浓度的系列标准工作溶液。现配现用。

6 仪器设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪：配有电子轰击离子源（EI）。

6.2 离心机：可在 8000 r/min 稳定控速。

6.3 机械振荡器：100 次/min，水平振幅 2 cm~5 cm。

6.4 离心管：50 mL，带盖。

6.5 分析天平：感量为 0.0001 g。

6.6 有机相针式过滤头：0.45 μm。

7 试验步骤

7.1 试样前处理

称取 0.5 g（精确至 0.0001 g）样品于离心管（6.4）中，加入 2 mL 饱和氯化钠溶液（5.4）和 10.00 mL 正十四烷（5.1），振荡提取 20 min 后，用离心机离心 3 min，加入适量无水硫酸钠（5.2），取上层清液经有机相针式过滤头（6.6）过滤到进样瓶，供气相色谱-质谱仪测定。

7.2 气相色谱-质谱分析方法

7.2.1 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通用参数。设定的参数应保证用色谱条件测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离，以下列出的参数证明是可行的：

- a) 毛细管色谱柱：DB-624，30 m×0.25 mm×1.4 μm 或相当者；
- b) 进样口温度：250 °C；
- c) 柱温：50 °C (5 min) $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 240 °C (2 min)；
- d) 离子源温度：230 °C；
- e) 质谱接口温度：280 °C；
- f) 测定方式：选择离子扫描（SIM），选择离子见附录 B；
- g) 进样方式：分流进样，分流比为 10:1；
- h) 灯丝关闭时间：19 min；
- i) 载气：氦气（≥99.999 %（体积分数）），流量：1.0 mL/min；
- j) 进样量：1 μL；
- k) 离子源：电子轰击离子源（EI）；
- l) 电离能量：70 eV。

7.2.2 定性分析

在 7.2.1 分析条件下，通过比较试样溶液与标准工作溶液的保留时间（保留时间偏离允差为±0.02

min)，并且在扣除背景后的样品谱图中，参考定性离子均出现，同时定性离子的丰度比与浓度相当的标准工作溶液的相对丰度一致（见附录 B），则可判断样品中存在相应的被测物。含氯有机溶剂标准物质的气相色谱-质谱总离子流色谱图参见附录 C。

7.2.3 定量分析

根据试样中被测物的含量，选取响应值相近的标准工作液进行分析。以目标化合物的峰面积为纵坐标，以其浓度为横坐标制作标准工作曲线，外标法进行定量。试样溶液中目标物的响应值均应在仪器检测的线性范围内，如果含量超过标准工作曲线范围，应将试样溶液稀释到适当浓度后分析。

7.3 空白试验

除不加样品外，按照本文件7.1~7.2步骤进行。

8 试验数据处理

8.1 计算结果

测定结果以各含氯有机溶剂的检测结果分别表示。

样品中含氯有机溶剂的含量以 X_i 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_i ——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——从标准工作曲线得到的空白试验溶液浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——振荡提取所用正十四烷体积的数值，单位为毫升（mL）；

f ——稀释因子；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

8.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果的算数平均值表示，按GB/T 8170-2008中的4.3.3修约值比较法进行修约，计算结果保留小数点后一位。

9 定量限、回收率和精密度

9.1 定量限

本文件对18种含氯有机溶剂的定量限均为5.0 mg/kg。

9.2 回收率

18种含氯有机溶剂的回收率在80%~110%之间。

9.3 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同的设备，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测试获得的两次独立测试结果的相对标准偏差不大于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。

10 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品的描述；
- b) 本标准的编号；
- c) 与本文件的差异；
- d) 试验中出现的异常情况；
- e) 试验结果；
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性)

含氯有机溶剂基本信息

表A.1给出了含氯有机溶剂基本信息。

表 A. 1 含氯有机溶剂基本信息

序号	中文名称	英文名称	CAS 编号	相对分子质量	分子式
1	1,1-二氯乙烯	Vinylidene chloride	75-35-4	96.94	C ₂ H ₂ Cl ₂
2	二氯甲烷	Dichloromethane	75-09-2	84.93	CH ₂ Cl ₂
3	反-1,2-二氯乙烯	<i>trans</i> -1,2-Dichloroethylene	156-60-5	96.94	C ₂ H ₂ Cl ₂
4	1,1-二氯乙烷	1,1-Dichloroethane	75-34-3	98.96	C ₂ H ₄ Cl ₂
5	顺-1,2-二氯乙烯	<i>cis</i> -1,2-Dichloroethylene	156-59-2	96.94	C ₂ H ₂ Cl ₂
6	三氯甲烷	Chloroform	67-66-3	119.38	CHCl ₃
7	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6	133.4	C ₂ H ₃ Cl ₃
8	四氯化碳	Carbon tetrachloride	56-23-5	153.82	CCl ₄
9	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	107-06-2	98.96	C ₂ H ₄ Cl ₂
10	三氯乙烯	Trichloroethylene	79-01-6	131.39	C ₂ HCl ₃
11	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5	133.4	C ₂ H ₃ Cl ₃
12	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	127-18-4	165.83	C ₂ Cl ₄
13	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6	167.85	C ₂ H ₂ Cl ₄
14	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5	167.85	C ₂ H ₂ Cl ₄
15	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4	147.43	C ₃ H ₅ Cl ₃
16	五氯乙烷	Pentachloroethane	76-01-7	202.29	C ₂ HCl ₅
17	六氯乙烷	Hexachloroethane	67-72-1	236.74	C ₂ Cl ₆
18	六氯丁二烯	Hexachloro-1,3-butadiene	87-68-3	260.76	C ₄ Cl ₆

附录 B

(资料性)

含氯有机溶剂标准物质的参考定性离子和参考定量离子

表B.1给出了含氯有机溶剂标准物质的参考定性离子和参考定量离子。

表 B.1 含氯有机溶剂标准物质的参考定性离子和参考定量离子

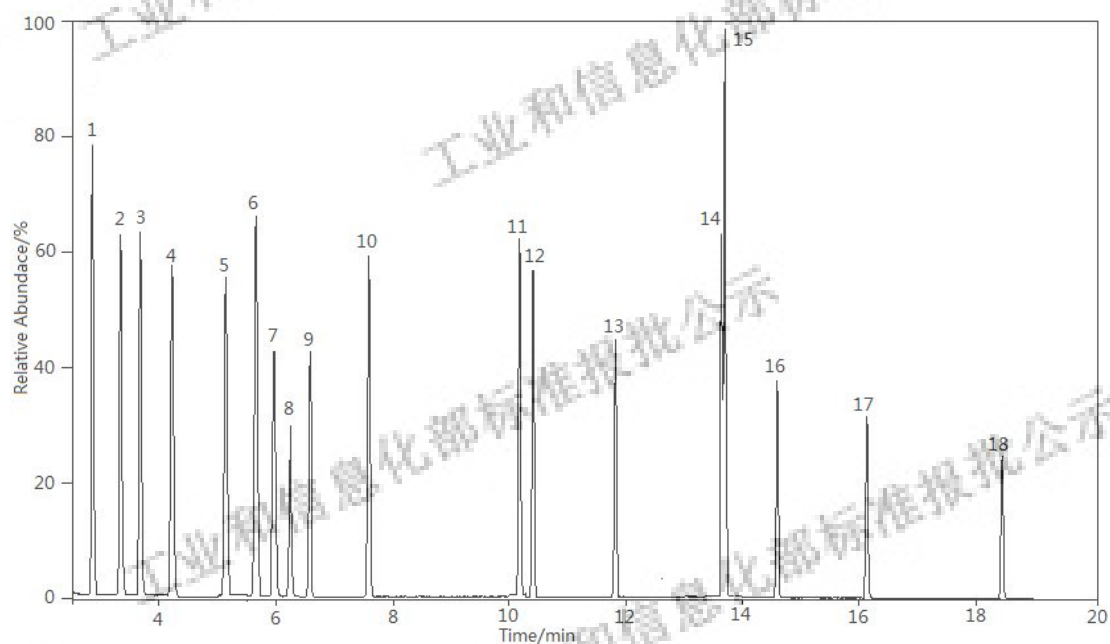
序号	化合物名称	保留时间/min	定量离子	参考定性离子及丰度比
1	1,1-二氯乙烯	2.85	61	61:96:98:63=999:641:407:335
2	二氯甲烷	3.34	49	49:84:86:51=999:654:428:311
3	反-1,2-二氯乙烯	3.68	61	61:96:98:63=999:697:447:325
4	1,1-二氯乙烷	4.22	63	63:65:27:83=999:325:267:130
5	顺-1,2-二氯乙烯	5.13	61	61:96:98:63=999:634:401:325
6	三氯甲烷	5.66	83	83:85:47:48=999:714:270:130
7	1,1,1-三氯乙烷	5.96	97	97:99:61:117=999:717:480:172
8	四氯化碳	6.25	117	117:119:121:82=999:958:345:243
9	1,2-二氯乙烷	6.57	62	62:64:27:49=999:330:203:202
10	三氯乙烯	7.59	130	130:132:95:97=999:954:924:613
11	1,1,2-三氯乙烷	10.18	97	97:83:61:99=999:852:688:632
12	四氯乙烯	10.40	166	166:164:129:94=999:807:717:353
13	1,1,1,2-四氯乙烷	11.81	131	131:133:117:95=999:898:634:359
14	1,1,2,2-四氯乙烷	13.66	83	83:85:95:60=999:644:169:133
15	1,2,3-三氯丙烷	13.71	75	75:110:77:61=999:324:319:256
16	五氯乙烷	14.60	167	167:117:119:130=999:973:918:395
17	六氯乙烷	16.14	117	117:119:201:166=999:957:685:455
18	六氯丁二烯	18.45	225	225:190:118:260=999:466:375:354

附录 C

(资料性)

含氯有机溶剂标准物质的气相色谱-质谱总离子流色谱图

图C.1给出了含氯有机溶剂标准物质的气相色谱-质谱总离子流色谱图。



标引序号说明:

1—1,1-二氯乙烯;

2—二氯甲烷;

3—反-1,2-二氯乙烯;

4—1,1-二氯乙烷;

5—顺-1,2-二氯乙烯;

6—三氯甲烷;

7—1,1,1-三氯乙烷;

8—四氯化碳;

9—1,2-二氯乙烷;

10—三氯乙烯;

11—1,1,2-三氯乙烷;

12—四氯乙烯;

13—1,1,1,2-四氯乙烷;

14—1,1,2,2-四氯乙烷;

15—1,2,3-三氯丙烷;

16—五氯乙烷;

17—六氯乙烷;

18—六氯丁二烯

图 C.1 含氯有机溶剂标准物质的气相色谱-质谱总离子流色谱图