

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—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

（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持文件一并附上。）

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

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：

本标准主要起草人：

# 纺织染整助剂产品中含氯有机溶剂的测定

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

## 1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质谱仪（GC/MS）测定纺织染整助剂产品中18种含氯有机溶剂含量的方法。

本标准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

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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（GC/MS）测定。根据含氯有机溶剂的保留时间和质谱定性，以外标法定量。

## 4 试剂和材料

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。

4.1 正十四烷：色谱级。

4.2 氯化钠。

4.3 无水硫酸钠。

4.4 1,1-二氯乙烯（CAS 号：75-35-4）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。

4.5 二氯甲烷（CAS 号：75-09-2）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。

4.6 反-1,2-二氯乙烯（CAS 号：156-60-5）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。

4.7 1,1-二氯乙烷（CAS 号：75-34-3）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。

4.8 顺-1,2-二氯乙烯（CAS 号：156-59-2）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。

- 4.9 三氯甲烷（CAS 号：67-66-3）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.10 1,1,1-三氯乙烷（CAS 号：71-55-6）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.11 四氯化碳（CAS 号：56-23-5）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.12 1,2-二氯乙烷（CAS 号：107-06-2）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.13 三氯乙烯（CAS 号：79-01-6）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.14 1,1,2-三氯乙烷（CAS 号：79-00-5）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.15 四氯乙烯（CAS 号：127-18-4）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.16 1,1,1,2-四氯乙烷（CAS 号：630-20-6）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.17 1,1,2,2-四氯乙烷（CAS 号：79-34-5）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.18 1,2,3-三氯丙烷（CAS 号：96-18-4）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.19 五氯乙烷（CAS 号：76-01-7）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.20 六氯乙烷（CAS 号：67-72-1）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.21 六氯丁二烯（CAS 号：87-68-3）：质量浓度 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.22 饱和氯化钠溶液：35.9 g 氯化钠（4.2）溶于 100 mL 水中。
- 4.23 标准储备溶液：分别准确称取 100 mg 标准物质（4.4-4.21）（精确至 0.1 mg）于 10 mL 容量瓶中，分别用正十四烷（4.1）溶解并定容至刻度，配制成浓度为 10 g/L 的标准储备液。

注：该溶液保存在（0~4）℃的环境中，有效期为6个月。

- 4.24 混合标准工作溶液：分别移取 0.5 mL 标准储备液（4.23），置于 10 mL 容量瓶中，并用正十四烷（4.1）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（4.1）逐级稀释，配制成所需浓度的系列标准工作溶液。

## 5 仪器设备

- 5.1 气相色谱-质谱仪（GC/MS）：配有电子轰击离子源（EI）。
- 5.2 离心机：可控制离心速度 8000 转/min。
- 5.3 机械振荡器：100 次/min，水平振幅 2 cm~5 cm。
- 5.4 带盖离心管：约 50 mL。
- 5.5 分析天平：感量分别为 0.0001 g 和 0.01 g。
- 5.6 有机滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 6 分析步骤

## 6.1 样品前处理

称取0.5 g（精确至0.01 g）样品于离心管（5.4）中，加入2 mL饱和氯化钠溶液（4.22）和10 mL正十四烷（4.1），振荡提取20 min后，离心3 min，加入适量无水硫酸钠（4.3），取上层清液过膜（5.6）后，由GC/MS测定。

## 6.2 气相色谱-质谱分析方法

### 6.2.1 GC/MS 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。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

- 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) 10 °C/min 240 °C(2 min)；
- d) 离子源温度：230 °C；
- e) 质谱接口温度：280 °C；
- f) 质量扫描范围：（45~300） amu；
- g) 质谱检测模式：选择反应监测（SIM）模式，质谱监测离子见附录 A；
- h) 进样方式：分流进样，分流比为 10:1；
- i) 载气：氦气（≥99.999 %），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。

### 6.2.2 GC/MS 定性定量分析

标准工作溶液（4.24）和试样溶液（6.1），在设定的GC/MS条件下（6.2.1）分别进样、测定。通过比较试样溶液与标准工作溶液中被测组分色谱峰的保留时间以及质谱中特征离子的相对丰度比值进行定性分析。以系列标准工作溶液的浓度为横坐标，以含氯有机溶剂的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。根据试样溶液中被测组分的峰面积，在标准工作曲线上求得试样溶液中含氯有机溶剂的浓度。

注：采用上述分析条件时，18种含氯有机溶剂的GC/MS选择离子图参见附录B。

## 6.3 空白试验

除不加入试样外，其它均按上述步骤执行。

## 7 计算结果和表示

### 7.1 计算结果

样品中含氯有机溶剂的含量X按公式（1）计算：

$$X = \frac{A \times c \times V \times F}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样溶液中含氯有机溶剂的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

- $A$  ——试样溶液中含氯有机溶剂的色谱峰面积；  
 $A_s$  ——标准工作溶液中含氯有机溶剂的色谱峰面积；  
 $c$  ——标准工作溶液的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；  
 $V$  ——提取溶液体积，单位为毫升（mL）；  
 $F$  ——稀释因子；  
 $m$  ——试样质量，单位为克（g）。

## 7.2 结果表示

试验结果以试样中含氯有机溶剂的含量（mg/kg）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。低于测定低限时（8.1）时，试验结果为“未检出”。

## 8 测定低限、回收率和精密度

### 8.1 方法的测定低限

本方法18种含氯有机溶剂的检测低限为5.0 mg/kg。

### 8.2 回收率

本方法的回收率在80 %～110 %之间。

### 8.3 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的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。

## 9 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) 使用的分析仪器方法；
- d) 试验结果；
- e) 与本标准的差异；
- f) 试验日期。

附 录 A  
(资料性附录)

18 种含氯有机溶剂 GC/MS 的监测离子和色谱保留时间

序号	化合物	监测离子 (m/z)	保留时间/min
1	1,1-二氯乙烯	61*, 96, 63	2.85
2	二氯甲烷	49*, 84, 86	3.34
3	反-1,2-二氯乙烯	61*, 96, 98	3.68
4	1,1-二氯乙烷	63*, 65, 83	4.22
5	顺-1,2-二氯乙烯	61*, 96, 98	5.13
6	三氯甲烷	83*, 85, 47	5.66
7	1,1,1-三氯乙烷	97*, 99, 61	5.96
8	四氯化碳	117*, 119, 82	6.25
9	1,2-二氯乙烷	62*, 64, 49	6.57
10	三氯乙烯	130*, 132, 95	7.59
11	1,1,2-三氯乙烷	97*, 83, 61	10.18
12	四氯乙烯	166*, 129, 94	10.40
13	1,1,1,2-四氯乙烷	131*, 117, 95	11.81
14	1,1,2,2-四氯乙烷	83*, 95, 60	13.66
15	1,2,3-三氯丙烷	75*, 110, 61	13.71
16	五氯乙烷	167*, 117, 130	14.60
17	六氯乙烷	117*, 201, 166	16.14
18	六氯丁二烯	225*, 190, 260	18.45

\*定量离子

附 录 B  
(资料性附录)

18 种含氯有机溶剂的 GC/MS 选择离子图

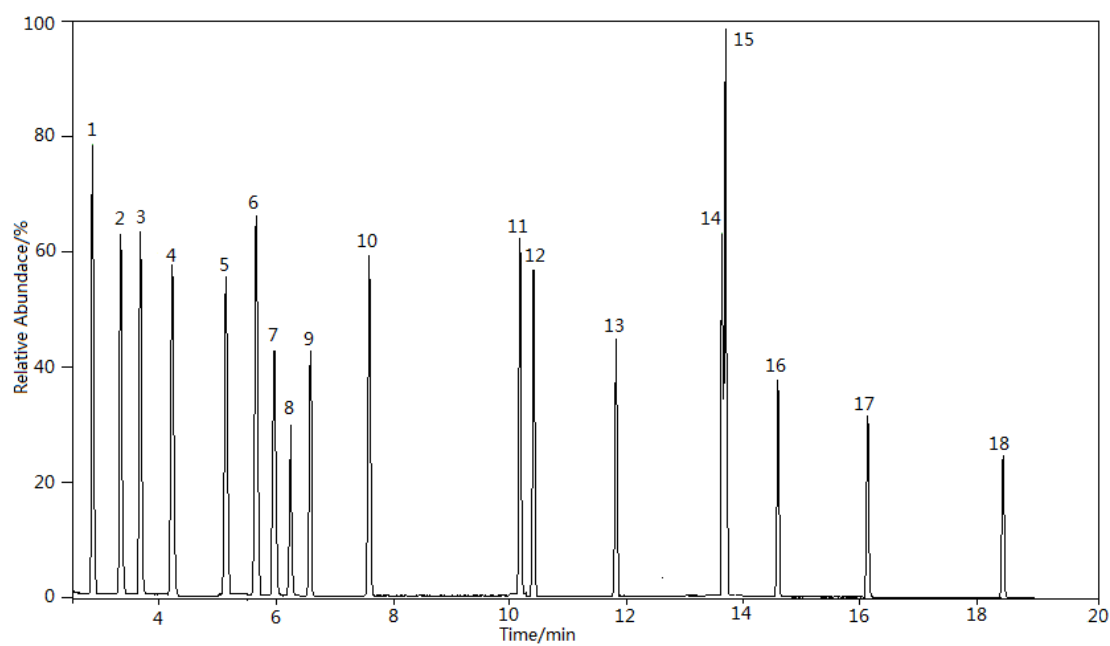


图 B. 1 18 种含氯有机溶剂的 GC/MS 选择离子图

- |                  |                  |                |
|------------------|------------------|----------------|
| 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       |