

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

# 纺织染整助剂 防蚊整理剂 氯菊酯含量的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—Antimosquito finishing agent —  
Determination of the permethrin content

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

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。本文的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC 134/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 纺织染整助剂 防蚊整理剂 氯菊酯含量的测定

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

本文件规定了防蚊整理剂中氯菊酯含量的测定方法。

本文件适用于以氯菊酯（见附录A）为有效成分的防蚊整理剂的测定。

## 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 8170—2008 数值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

以乙醇为萃取溶剂，采用超声波提取纺织染整助剂防蚊整理剂产品中的氯菊酯，定容、过滤后采用气相色谱法测定，外标法定量。

## 5 试剂或材料

除非另有规定外，仅使用确认为分析纯的试剂。

### 5.1 乙醇。

5.2 氯菊酯标准物质（CAS 编号：52645-53-1），纯度≥97.0%（质量分数）。

5.3 氯菊酯标准工作溶液：准确称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）氯菊酯标准物质（5.2），用乙醇（5.1）溶解稀释，定容至 100 mL 容量瓶中，得到 1000 mg/L 的标准工作溶液；准确移取 0.25 mL、0.5 mL、1 mL、2.5 mL、5 mL 的 1000 mg/L 氯菊酯标准工作溶液于 10 mL 容量瓶中，用乙醇（5.1）稀释至刻度。得到 25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L 的标准工作溶液。

注：氯菊酯标准工作液现配现用。

## 6 仪器设备

6.1 气相色谱仪：配有氢火焰（FID）检测器。

6.2 分析天平，感量 0.0 001 g。

6.3 超声波发生器：工作频率为 40 kHz。

6.4 锥形瓶：具磨口塞，100 mL。

6.5 针头过滤器：0.22 μm，有机相。

## 7 试验步骤

### 7.1 提取

准确称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）样品，置于 100 mL 具塞锥形瓶中，加入 30 mL 乙醇（5.1），于超声波发生器中提取（30±2）min。提取液冷却至室温后，转移至容量瓶，用乙醇定容至 50 mL，再用针头过滤器过滤至样品瓶中，供气相色谱分析用。

### 7.2 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) 色谱柱：HP-5，30 m×0.32 mm×0.25 μm，或相当者；
- b) 柱温：100 °C  $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  200 °C  $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  270 °C（5 min）；
- c) 进样口温度：280 °C；
- d) 检测器温度：300 °C；
- e) 载气、尾吹气：氮气，纯度≥99.999%，流速 1.2 mL/min，尾吹流量 25 mL/min；
- f) 载气流速：2.0 mL/min；
- g) 分流比：1：30；
- h) 进样量：1.0 μL。

#### 7.2.2 定性分析

分别取试样溶液和标准工作溶液进行分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液的保留时间进行定性分析，则可判断样品中是否存在相应的被测物。

#### 7.2.3 气相色谱定量分析

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。以目标化合物氯菊酯的峰面积（顺式体与反式体峰面积之和）为纵坐标，以目标化合物的浓度为横坐标作标准工作曲线，按照外标法进行定量计算。标准工作液和试样溶液中待测物的响应值均应在仪器线性范围内，如果含量超过标准曲线范围，应用乙醇稀释到适当浓度后分析。标准工作液和试样溶液的气相色谱图参见附录 B。

### 7.3 空白试验

除不加样品外，按 7.1~7.2 试验步骤进行。

## 8 试验数据处理

### 8.1 结果计算

样品中氯菊酯的含量以其质量分数  $X$  计，按式（1）计算：

$$X = \frac{(c-c_0) \times V \times f}{m \times k} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$c$  ——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）；

$V$  ——最终定容乙醇体积的数值，单位为毫升（mL）；

$f$  ——稀释因子；

$m$  ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

$k$ ——单位换算因数，为 $1 \times 10^6$ 。

## 8.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果值的算术平均值表示，按GB/T 8170—2008中的4.3.3修约值比较法修约值两位小数。

## 9 测定低限、回收率和精密度

### 9.1 测定低限

本方法的测定低限为0.50%。

### 9.2 回收率

样品加标回收率为92%~104%。

### 9.3 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测试获得的独立两次测试结果的相对标准偏差不大于10%，以大于10%的情况不超过5%为前提。

## 10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 本文件编号；
- 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)  
氯菊酯的基本信息

表A.1 给出了氯菊酯的基本信息。

表A.1 氯菊酯的基本信息

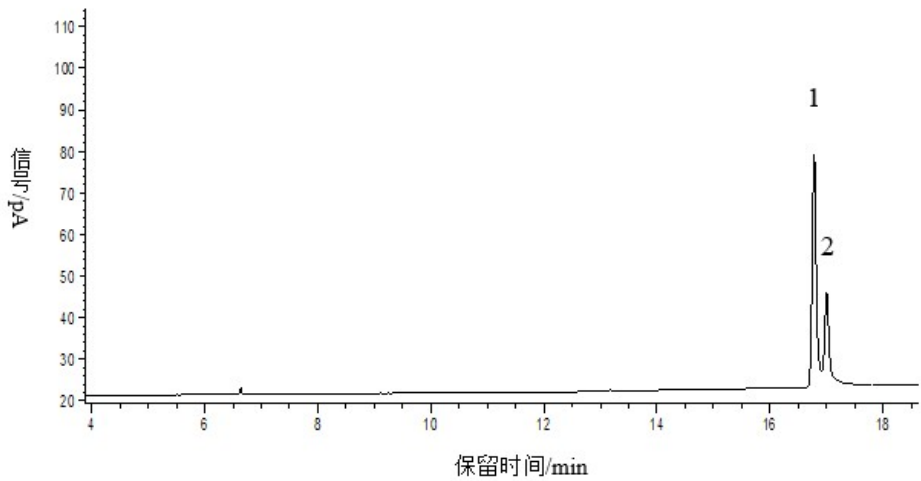
化合物名称	CAS 编号	分子式	相对分子质量
顺式氯菊酯	61949-76-6	$C_{21}H_{20}Cl_2O_3$	391.29
反式氯菊酯	61949-77-7		

附 录 B  
(资料性)

氯菊酯标准工作液与试样溶液的气相色谱图

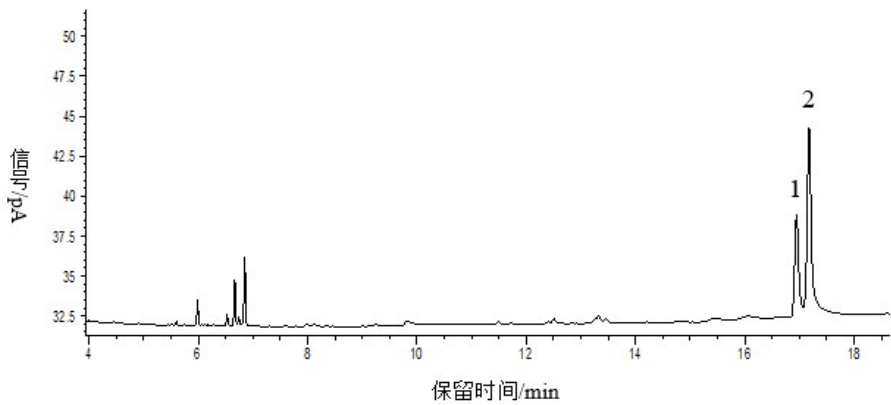
图B.1给出了氯菊酯标准工作液的气相色谱图。

图B.2给出了氯菊酯试样溶液的气相色谱图。



标引序号说明：  
1——氯菊酯顺式体  
2——氯菊酯反式体

图B.1 氯菊酯标准工作液气相色谱图



标引序号说明：  
1——氯菊酯顺式体  
2——氯菊酯反式体

图B.2 氯菊酯试样溶液气相色谱图