



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

纺织染整助剂产品中中链氯化石蜡的测定

Determination of middle-chain chlorinated paraffins (MCCPs) in textile dyeing and finishing auxiliaries

（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

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/TC134/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

纺织染整助剂产品中中链氯化石蜡的测定

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

本文件描述了采用气相色谱-电子捕获负化学电离源质谱法（GC-ECNI-MS）测定纺织染整助剂产品中中链氯化石蜡的方法。

本文件适用于各类纺织染整助剂产品中中链氯化石蜡的测定。

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 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

以正己烷为萃取溶剂，采用超声波提取试验中的中链氯化石蜡，过滤后采用气相色谱-电子捕获负化学电离-质谱法（GC-ECNI-MS）测定，内标法定量。

5 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂应均为分析纯。

5.1 正己烷。

5.2 浓硫酸（ H_2SO_4 ）， $\rho=1.84\text{ g/mL}$ （ $20\text{ }^\circ\text{C}$ ）。

5.3 林丹（内标）：CAS 号：58-89-9，纯度 $\geq 99\%$ 。。

5.4 不同含氯量的 MCCPs（ $\text{C}_{14}\text{-C}_{17}$ ）标准品，CAS 号：85535-85-9， $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ ，具体如下：

—MCCPs（ $\text{C}_{14}\text{-C}_{17}$ ）含氯 52%，工业级。

—MCCPs（ $\text{C}_{14}\text{-C}_{17}$ ）含氯 57%，工业级。

5.5 内标储备溶液， 1000 mg/L ：准确称取 10 mg 内标物质（5.3）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷（5.1）溶解并定容至刻度。

5.6 内标工作溶液， 1 mg/L ：准确移取 $100\text{ }\mu\text{L}$ 内标储备溶液（5.5）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷（5.1）溶解并定容至刻度。

5.7 MCCPs 标准工作液（ $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ ，含氯 55%）：分别移取 $400\text{ }\mu\text{L}$ 含氯 52%的 MCCPs（ $\text{C}_{14}\text{-C}_{17}$ ）标准溶液（5.4）和 $600\text{ }\mu\text{L}$ 含氯 57%的 MCCPs（ $\text{C}_{14}\text{-C}_{17}$ ）标准溶液（5.4）混合在一起，此时混合标准溶液中中链氯化石蜡的浓度是 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

采用正己烷为试剂，由混合标准溶液配制至少5个适当浓度的混合标准工作溶液（例如：5 mg/L，10 mg/L，20 mg/L，50 mg/L和100 mg/L），每个浓度点的标准工作溶液中含有一定量的内标物，内标物的最终浓度为1 mg/L。

注：标准储备溶液于0℃~4℃保存，有效期为12个月；标准工作溶液于0℃~4℃保存，有效期为6个月；如果质量控制中出现问题则缩短保存时间。

6 仪器和设备

- 6.1 分析天平：感量为0.0001 g与0.01 g。
- 6.2 提取器：具塞密闭，约50 mL，由硬质玻璃制成。
- 6.3 可控温超声波提取器：工作频率为40 kHz。
- 6.4 涡旋混匀器。
- 6.5 离心机：可在3 000 r/min稳定控速。
- 6.6 气相色谱-质谱联用仪，配电子捕获负化学电离源（GC-ECNI-MS）。

7 分析步骤

7.1 提取

准确称取1.0 g（精确至0.01g）试样于具塞密封容器（6.2）中，加入9.9 mL正己烷（5.1）和100 μL内标工作溶液（5.6），于（40±2）℃条件下置于超声波提取器（6.3）中超声提取30 min。

7.2 净化

移取5 mL正己烷萃取液于具塞密封容器（6.2）中，加入2 mL浓硫酸（5.2），在涡旋混匀器（6.4）中混合5 min，再用离心机（6.5）在3 000 r/min下离心5 min，待两相分离后，收集上层正己烷相，待测。

注：如有需要进一步净化，重复以上操作，直至下层酸溶液澄清或呈白色。

7.3 测定

7.3.1 GC-ECNI-MS 定性分析

分别对试样溶液（7.2）和混合标准工作溶液（5.7）等体积穿插进样测定，参照附录A中的条件测试分析。比较标准溶液和待测试样的特征离子及其保留时间（参见附录B）进行定性分析。待测试样中可能含有短链氯化石蜡或长链氯化石蜡而引起目标峰前延或拖尾现象发生，以待测试样目标峰积分截止时间点与对应标准溶液目标峰结束时间点为准。

7.3.2 GC-ECNI-MS 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溶液进行分析。以目标化合物的峰面积与对应内标物的峰面积之比为纵坐标，以目标化合物的浓度与对应内标物的浓度之比为横坐标制作标准工作曲线，内标法进行定量。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，应将试样溶液用含内标工作溶液（5.6）稀释到适当浓度后分析。

8 结果计算和表示

8.1 结果计算

按照公式（1）计算试样中中链氯化石蜡的含量。

$$W = (V/m) \times \frac{\left(\frac{A_s}{A_{is}} - b \right)}{a} \times C_{is} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W ——试样中中链氯化石蜡的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

V ——萃取液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

A_s ——试样中中链氯化石蜡的峰面积；

A_{is} ——试样中内标物的峰面积；

C_{is} ——试样中内标物的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

a ——线性方程的斜率；

b ——标准曲线的截距（单位取决于计算值）。

8.2 结果表示

计算结果按GB/T 8170 修约至个位数。低于测定低限时（9.1）时，试验结果为“未检出”。

9 测定低限和精密度

9.1 测定低限

本方法中中链氯化石蜡测定低限为50 mg/kg。

9.2 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10%，以95%的置信度为前提。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 样品来源及描述（助剂名称，生产厂家，批号，型号等信息）；
- b) 使用的标准；
- c) 采用的测试方法；
- d) 测试结果；
- e) 任何偏离本标准的细节；
- f) 试验日期。

附 录 A
(规范性)
GC-ECNI-MS 定性分析条件

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。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，下列给出的参数证明是可行的：

- a) 色谱柱：DB-5MS，30mx0.25mmx0.25um 或相当色谱柱；
- b) 载气：氦气(99.999%)，流量：1.0 mL/min；
- c) 进样口温度：280℃；
- d) 质谱接口温度：300℃；
- e) 离子源温度：180℃；
- f) 进样量：1.0 μL；
- g) 升温程序：100℃(1 min) $\xrightarrow{30^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 300℃(5 min)；
- h) 溶剂延迟：4 min；
- i) 电离方式：电子捕获负化学源电离；
- j) 反应气：甲烷（纯度>99.9995%）；
- k) 反应气流速：2.0 mL/min。

表 A.1 内标及中链氯化石蜡定性定量离子

测定物质	定量离子/ (<i>m/z</i>)	定性离子/ (<i>m/z</i>)
林丹	325	327
	255	253
	255	257
中链氯化石蜡 (C ₁₄ -C ₁₇)	403	405
	417	419
	431	433
	445	447

附录 B

(资料性)

林丹及中链氯化石蜡的 GC-ECNI-MS 分析总离子流图

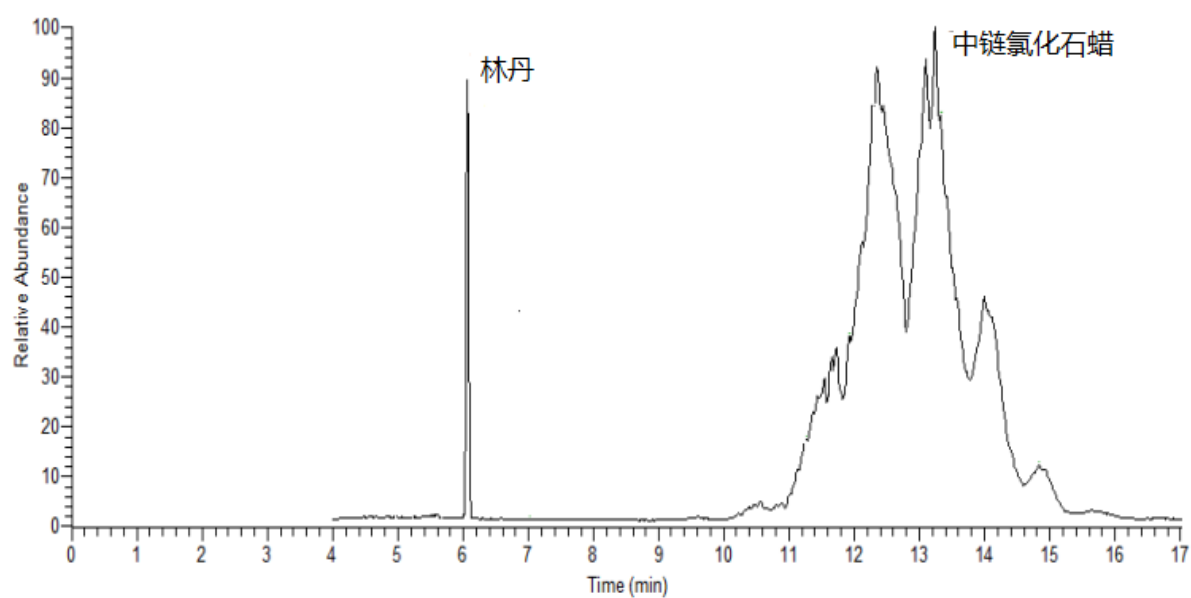


图 B.1 林丹及中链氯化石蜡的 GC-ECNI-MS 分析总离子流图