



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2463—2010

纺织品中多氯联苯的测定方法 气相色谱法

Method for the determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in textiles—
GC method

2010-01-10 发布

2010-07-16 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国宁波出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人:康继韬、俞雪钧、谢东华、李佐卿、湛嘉、裘亚钧。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

纺织品中多氯联苯的测定方法

气相色谱法

1 范围

本标准规定了纺织品中多氯联苯(PCBs)的气相色谱测定方法。

本标准适用于纺织品中 10 种多氯联苯(PCBs)的测定,其他多氯联苯异构体的测定可参照执行。

2 原理

样品经正己烷超声波萃取或振荡提取后,再经浓硫酸磺化净化,用带电子捕获检测器(ECD)的气相色谱进行检测,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析级,水为二次蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 正己烷(C_6H_{14} , >98.0%);色谱纯,取与样品处理相同量的正己烷浓缩至 1 mL,进样 1 μ L,不得出现待测物的峰。

3.2 浓硫酸($d=1.84$);优级纯。

3.3 多氯联苯标准物质:纯度 $\geq 98.5\%$,见附录 A。

3.4 多氯联苯标准储备溶液 A(100 μ g/mL):准确称取各种多氯联苯标准品(3.3)约 10.0 mg(精确至 0.1 mg),分别定量转移至 100 mL 容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,混匀,4 $^{\circ}$ C 冰箱避光保存 1 年。此溶液相当于每毫升含 100 μ g 多氯联苯标准品。

3.5 多氯联苯混合标准储备溶液 B(1.00 μ g/mL):准确移取各种多氯联苯标准储备溶液 A(3.4) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,并用正己烷稀释至刻度,混匀,4 $^{\circ}$ C 冰箱避光保存 6 个月。此溶液相当于每毫升含 1.00 μ g 多氯联苯标准品。

3.6 多氯联苯混合标准工作溶液:分别准确移取多氯联苯混合标准储备溶液 B(3.5)适量体积,并用正己烷稀释,混匀,配置成所需浓度的标准工作溶液。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:带有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 电子天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

4.3 超声波发生器:工作频率为 40 kHz。

4.4 台式恒温振荡仪。

4.5 旋转蒸发器。

4.6 离心机。

5 样品制备与保存

取具有代表性的纺织品样品适量,剪成 5 mm \times 5 mm 以下小片,混匀。在样品取样后,应当用铝箔包裹样品,以防止样品在测试前发生任何改变。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

称取上述样品 1 g(精确到 0.01 g)置于 50 mL 锥型瓶中,加入 20 mL 正己烷(对于毛毯等吸湿性较