

GB/T 31531—2015

4.3 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的测试获得的两次独立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30%。

5 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 本标准编号;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 试验日期。

GB/T 31531—2015

ICS 71.100.01;87.060.10
G 55

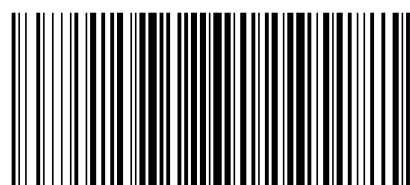


中华人民共和国国家标准

GB/T 31531—2015

染料及纺织染整助剂产品中喹啉的测定

Determination of quinoline in dyestuffs and textile dyeing and finishing auxiliaries



GB/T 31531—2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-51566

定价: 14.00 元

2015-05-15 发布

2015-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

谱分析条件分别取 1.0 μL 试样溶液和标准工作溶液进样测定,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理,用峰面积外标法进行定量。

3.9 结果计算

样品中喹啉含量以质量分数 w 计,数值用 mg/kg 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{A_i \times c_s \times V_i}{A_s \times m_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_i ——样品中喹啉的峰面积数值;

c_s ——所用标准工作溶液中喹啉的浓度数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

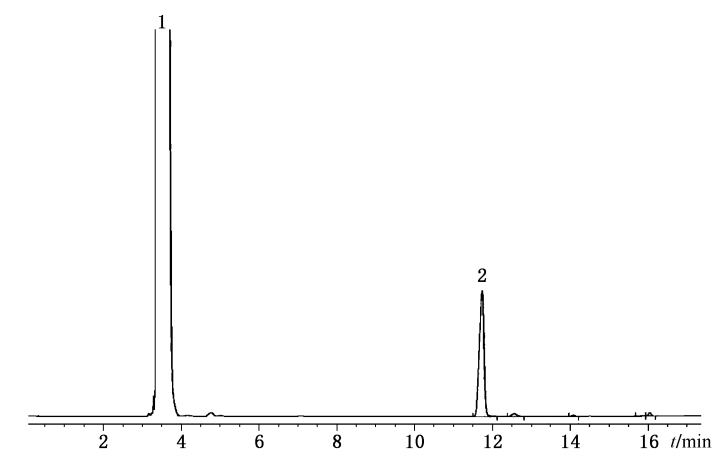
V_i ——样品萃取液的体积数值,单位为毫升(mL),本公式中 $V_i = 20$;

A_s ——标准工作溶液中喹啉的峰面积数值;

m_i ——样品的质量数值,单位为千克(kg)。

3.10 色谱图

色谱图见图 1。



说明:

1——溶剂;

2——喹啉。

图 1 喹啉气相色谱示意图

4 最小定量限、回收率和精密度

4.1 最小定量限

本方法的最小定量限为 10 mg/kg,低于此限度时检测结果为未检出。

4.2 回收率

采用标准加入法,将 1 mL 的标准混合溶液加入到 0.5 g 经本方法测定确定不含有喹啉的染料产品中,按第 3 章操作,测得的喹啉回收率应在 70%~130%之间。

中华人民共和国
国家标准
染料及纺织染整助剂产品中喹啉的测定
GB/T 31531—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2015 年 5 月第一版 2015 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-51566 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

3.4.2 检测器:氢火焰离子化检测器(FID)。

3.4.3 色谱柱:长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 1.0 μm 的毛细管色谱柱,固定相为(100%)甲基聚硅氧烷(如 HP-1 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱)。

3.4.4 微量注射器。

3.4.5 色谱工作站或积分仪。

3.5 色谱操作条件

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(见表 1)已被证明对测试是合适的。

色谱操作条件如表 1 所示。

表 1 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氮气
载气压力/kPa	60
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	280
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补偿气	氮气
补偿气流量/(mL/min)	20
分流比	10 : 1
柱温程序	160 $^{\circ}\text{C}$ 保持 13 min, 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1 min
进样量/ μL	1.0
定量方法	峰面积外标法

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

3.6 标准样品的配制

称取本标准 3.3.1 中的喹啉 0.02 g(精确至 0.000 1 g),用乙酸乙酯溶解后定容至 10 mL 容量瓶中。此溶液为标准储备溶液,浓度约为 2.0 mg/mL,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,保存期为半年。吸取适量的标准储备溶液至 10 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,作为标准工作溶液。

3.7 样品前处理

称取 0.5 g 样品(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 具塞比色管中,加入 20 mL 水,剧烈振摇至溶解或充分润湿成悬浮状态,也可用超声波进行超声辅助样品溶解。用移液管准确加入 20 mL 乙酸乙酯,充分摇动比色管 0.5 min 至水相和有机溶剂相充分混合,静置分层,取上层清液作为样品溶液进样测定(如混合后分层较慢,或试样在溶液中呈均匀分布的悬浮状态,可取约 5 mL 上层溶液于离心管中用离心机离心 5 min,然后取上层清液作为样品进行测定)。

3.8 测定步骤

根据试样中被测物含量的情况,选取与样品中喹啉浓度相近的标准工作溶液进行测定。按上述色

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:广东德美精细化工股份有限公司、徐州开达精细化工有限公司、国家染料质量监督检验中心、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:徐龙鹤、季浩、李振奎、郭玉良、姬兰琴、傅萍、刘金华。