

ICS 71.100.01;87.060.10
G 55



中华人民共和国国家标准

GB/T 24166—2009

GB/T 24166—2009

染料产品中含氯苯酚的测定

Determination of the content of chlorinated phenols in dye products

中华人民共和国
国家标准
染料产品中含氯苯酚的测定
GB/T 24166—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.75 字数 12 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38664 定价 16.00 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)68533533



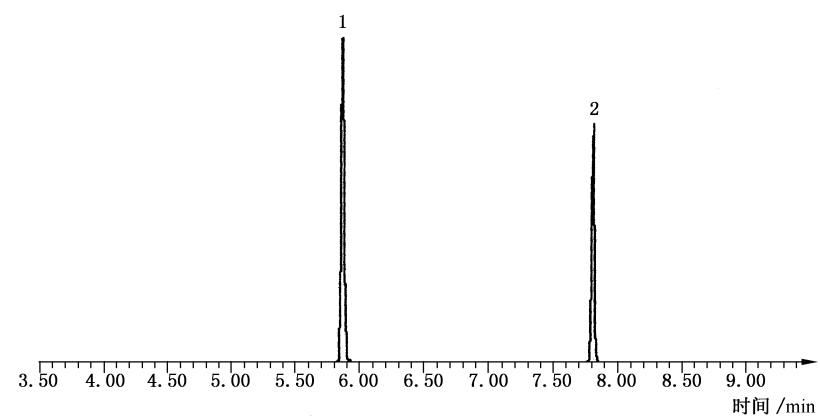
GB/T 24166—2009

2009-06-25 发布

2010-04-01 实施

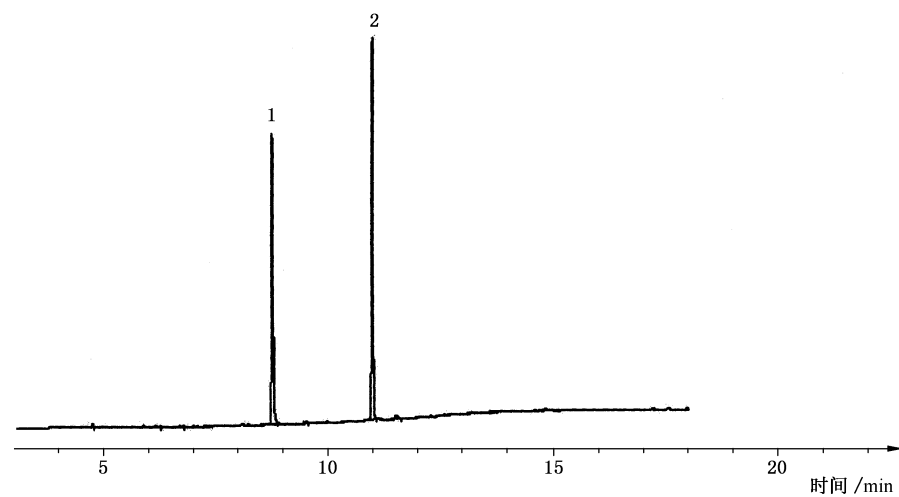
中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 B
(资料性附录)
含氯苯酚乙酸酯标样图



1—2,3,5,6-四氯苯酚乙酸酯;
2—五氯苯酚乙酸酯。

图 B.1 含氯苯酚乙酸酯标样的气相色谱-质谱总离子流图



1—2,3,5,6-四氯苯酚乙酸酯;
2—五氯苯酚乙酸酯。

图 B.2 含氯苯酚乙酸酯标样的气相色谱图

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。
本标准由中国石油和化学工业协会提出。
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:沈阳化工研究院、国家染料质量监督检验中心。
本标准主要起草人:季浩、沈日炯、姬兰琴。

ρ_i ——标准溶液中含氯苯酚 i 相当的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 V ——样液最终定容体积的数值,单位为毫升(mL);
 A_{is} ——标准溶液中含氯苯酚 i 目标离子的峰面积数值;
 m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.5.5.2 气相色谱法

试样中含氯苯酚以质量分数 w_i 计,数值用(mg/kg),按式(2)计算:

$$w_i = \frac{h_i \rho_i V}{h_{is} m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

h_i ——样液中含氯苯酚乙酸酯 i 的峰高数值;
 ρ_i ——标准溶液中含氯苯酚 i 相当的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 V ——样液最终定容体积的数值,单位为毫升(mL);
 h_{is} ——标准溶液中含氯苯酚乙酸酯 i 的峰高数值;
 m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5 测定低限、回收率和精密度

5.1 测定低限

本方法中气相色谱-质谱法的测定低限为 $0.1 \text{ mg}/\text{kg}$,气相色谱法的测定低限为 $0.01 \text{ mg}/\text{kg}$ 。

5.2 回收率

采用标准加入法,将 1 mL 的标准混合溶液加入到 1 g 经本标准方法测定确定不含有含氯苯酚的染料产品中,按本标准的第 4 章操作,测得的各种含氯苯酚回收率应在 $90\% \sim 110\%$ 之间。

5.3 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 20% 。

6 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- 试样描述;
- 使用的标准;
- 试验结果;
- 偏离标准的差异;
- 试验日期。

染料产品中含氯苯酚的测定

警告——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

本标准规定了染料产品中含氯苯酚(2,3,5,6-四氯苯酚和五氯苯酚)的测定方法。

本标准适用于采用气相色谱法-质量选择检测器(GC-MSD)和采用气相色谱法-电子捕获检测器(GC-ECD)对商品染料、染料制品、染料中间体和纺织印染助剂中含氯苯酚(2,3,5,6-四氯苯酚和五氯苯酚)的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

用碳酸钾溶液提取试样中的含氯苯酚,提取液经乙酸酐乙酰化后用正己烷萃取其中的含氯苯酚乙酸酯,而后用气相色谱-质量选择检测器(GC-MSD)和气相色谱法-电子捕获检测器(GC-ECD)对萃取物进行测定,外标法定量。

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 试剂和溶液

- 无水碳酸钾;
- 乙酸酐;
- 正己烷;
- 无水硫酸钠: $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘干 4 h,取出后置于干燥器中备用;
- 碳酸钾溶液: $0.1 \text{ mol}/\text{L}$ 水溶液,称取 13.8 g 无水碳酸钾溶于水中,定容至 $1\,000 \text{ mL}$;
- 硫酸钠溶液: $20 \text{ g}/\text{L}$;
- 附录 A 中含氯苯酚的标准品:含量(质量分数) $\geq 99\%$ 。

4.3 含氯苯酚标准溶液的配制

4.3.1 单一储备标准溶液

分别称取附录 A 所列含氯苯酚标准品 0.01 g (精确至 $0.000\,1 \text{ g}$),用碳酸钾溶液溶解,定容至