

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1654—2005

附录 A
(资料性附录)
2,3,5,6-四氯苯酚乙酯和艾氏剂标准图谱

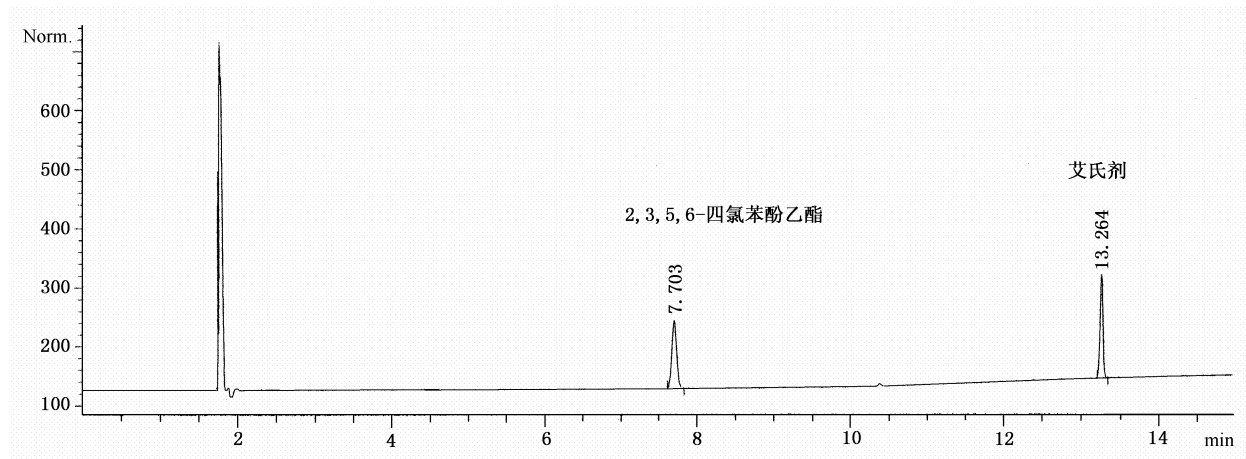
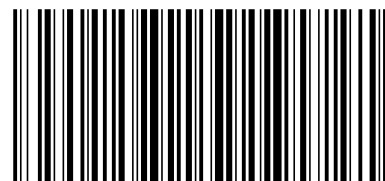


图 A.1 2,3,5,6-四氯苯酚乙酯和艾氏剂标准图谱

进出口皮革及皮革制品中 2,3,5,6-四氯苯酚残留量的测定 乙酰化气相色谱法

Determination of 2,3,5,6-tetrachlorophenol residues in leather and leather products for import and export—Acetylation gas chromatography



SN/T 1654—2005

书号:155066·2-16584
定价: 6.00 元

2005-09-30 发布

2006-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

- c) 柱流量:1.5 mL/min;
 d) 进样方式:分流,分流比 1:20;
 e) 进样量:2 μL;
 f) 色谱柱温度:160℃(8 min) $\xrightarrow{15^\circ\text{C}/\text{min}}$ 220℃(3 min);
 g) 进样口温度:250℃;
 h) 检测器温度:250℃。

7.5.2 色谱测定

将标准工作溶液(7.4)、样品溶液(7.3)分别进样,在 7.5.1 规定的条件下,2,3,5,6-四氯苯酚乙酯的保留时间约为 7.7 min,艾氏剂的保留时间约为 13.2 min,参见附录 A。

8 结果计算和表示

8.1 计算

试样中 2,3,5,6-四氯苯酚残留量(mg/kg)按式(1)进行计算:

$$X = \frac{A_x \times A_{si} \times c_s \times V}{A_{xi} \times A_s \times m} \times 5 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——试样中 2,3,5,6-四氯苯酚残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 A_x ——样品溶液中 2,3,5,6-四氯苯酚乙酯的色谱峰面积;
 A_{xi} ——样品溶液中艾氏剂的色谱峰面积;
 A_{si} ——标准工作液中艾氏剂的色谱峰面积;
 A_s ——标准工作液中 2,3,5,6-四氯苯酚乙酯的色谱峰面积;
 c_s ——标准工作液中 2,3,5,6-四氯苯酚浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
 m ——试样的质量,单位为克(g);
 V ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);
 5——稀释因子。

8.2 结果表示

以两次平行试验结果的平均值作为结果,结果保留两位小数。两次平行试验结果的差值与平均值之比应小于 10%。

9 测定低限、回收率

9.1 本方法测定低限为 0.05 mg/kg。

9.2 添加浓度为 0.05 mg/kg~5 mg/kg 时,回收率为 80%~110%。

中华人民共和国出入境检验检疫
 行业标准
 进出口皮革及皮革制品中 2,3,5,6-四氯
 苯酚残留量的测定 乙酰化气相色谱法
 SN/T 1654—2005
 *
 中国标准出版社出版
 北京复兴门外三里河北街 16 号
 邮政编码:100045
 网址 www.bzcb.com
 电话:68523946 68517548
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 *
 开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
 2006 年 1 月第一版 2006 年 1 月第一次印刷
 印数 1—2 000
 *
 书号:155066·2-16584 定价 6.00 元

5.8 容量瓶、移液管、具塞离心管。

6 试样制备

6.1 取样

6.1.1 标准部位取样

按 QB/T 3812.1 的规定进行。

6.1.2 非标准部位取样

在可利用试样的任意部位取样,样品应具有代表性。

6.2 试样制备

试样用合适的方法切割至 5 mm×5 mm 以下的小块,切割时应不产生高温,不污染试样。

一般情况下,不需要通过空气调节来校正试样的质量。需要时,则根据相同试样空气调节前的质量与空气调节后的质量来计算一个校正系数,用于校正试验中所用试样的质量,空气调节按 QB/T 3812.2 的规定执行。

7 试验步骤

7.1 提取

称取切碎混匀的试样 1 g(精确至 0.01 g),置于 100 mL 锥形瓶(5.5)中,用移液管准确加入 25 mL 碳酸钾溶液(4.2),盖上塞子于(70±5)℃的水浴中恒温振荡(45±5)min。取出后立即用 2 号玻璃砂芯漏斗(5.6)过滤,收集约 10 mL 滤液置于干燥洁净的具塞离心管中,盖上塞子使其冷却至室温。用移液管准确移取 5 mL 滤液,置于另一具塞离心管中。

7.2 净化

滤液中加入 0.5 mL 硫酸(4.4)及 1 mL 正己烷(4.3),盖上塞子后用流动水冷却至室温,于旋涡混合器上混匀 2 min,离心。用吸管将上层正己烷层吸入另一具塞离心管中。下层水相再用 1 mL 正己烷同法提取一次,合并正己烷层,弃去水相。正己烷层加入 0.5 mL 硫酸(4.4),混匀后离心,用吸管吸去硫酸层。正己烷层继续用硫酸净化,直到硫酸层无色,弃去硫酸层。正己烷层加入 3 mL 蒸馏水,混匀后离心,用吸管吸去水相。正己烷层加入 3 mL 碳酸钾溶液(4.2),于旋涡混合器上混匀 2 min,离心后用吸管吸去正己烷层。

注:滤液中加入浓硫酸后,由于浓硫酸稀释时释放热量使离心管发热,应用流动水冷却至室温。否则,在旋涡混合器上混匀时,离心管内压力过大,溶液易喷出。

7.3 乙酰化

水相中用 100 μL 微量注射器加入 50 μL 乙酸酐,于旋涡混合器上混匀 1 min。再用移液管准确加入 1 mL 艾氏剂内标溶液(4.8),于旋涡混合器上混匀 2 min,离心后用吸管吸去下层水相。正己烷层用 3 mL 碳酸钾溶液(4.2)洗涤,混匀、离心后,用吸管吸去下层水相。正己烷层再用 3 mL 碳酸钾溶液(4.2)洗涤,混匀、离心后,正己烷层供气相色谱测定。

7.4 标准工作液制备

将 2,3,5,6-四氯苯酚标准贮备液(4.7)用碳酸钾溶液(4.2)稀释至适当浓度的标准工作溶液,使标准工作溶液的浓度接近样品中 2,3,5,6-四氯苯酚含量的五分之一。用移液管准确移取 1 mL 标准工作溶液,置于一具塞离心管中,加入约 4 mL 碳酸钾溶液(4.2),按 7.2 和 7.3 操作。

7.5 测定

7.5.1 色谱条件

推荐的色谱条件如下:

- 色谱柱:毛细管柱,DB-5 30 m×0.32 mm×0.25 μm 或相当者;
- 载气:氮气,纯度>99.99%;

前 言

本标准的附录 A 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:中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:沈兵、干德芬、俞旭峰、叶甫荣。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。