



中华人民共和国国家标准

GB/T 28189—2011

纺织品 多环芳烃的测定

Textiles—Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons

2011-12-30 发布

2012-09-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分技术委员会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位：浙江省检验检疫科学技术研究院、浙江理工大学、中华人民共和国台州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵珊红、吴刚、陈海相、王建玲、吴俭俭、阮毅、王力君、郭方龙、茅文良。

纺织品 多环芳烃的测定

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

本标准规定了采用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC/MSD)测定纺织品中16种多环芳烃(见附录A)的方法。

本标准适用于各种类型的纺织品。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs)

由两个或两个以上苯环稠合在一起的一系列烃类化合物及其衍生物,环上也可有短的烷基或环烷基取代基。

3 原理

用超声波提取,提取液经硅胶固相萃取柱净化后,浓缩,定容,用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC/MSD)测定,采用选择离子监测模式,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 正己烷:色谱纯。

4.2 丙酮:色谱纯。

4.3 二氯甲烷:色谱纯。

4.4 正己烷+丙酮(1+1,体积比)。

4.5 正己烷+二氯甲烷(3+2,体积比)。

4.6 16种多环芳烃标准品:纯度 $\geq 96\%$,见附录A。

4.7 标准储备溶液(约1000 mg/L):准确称取适量附录A所列16种多环芳烃标准品,用正己烷(4.1)将每种物质配制成浓度约为1000 mg/L的标准储备溶液。

注:在0℃~4℃避光保存条件下,标准储备溶液的有效期为12个月。

4.8 混合标准工作溶液(10 mg/L):准确移取适量标准储备溶液(4.7),用正己烷(4.1)配制成浓度为10 mg/L的混合标准工作溶液,再根据需要配制成其他浓度的标准工作溶液。

注:在0℃~4℃避光保存条件下,混合工作溶液的有效期为3个月。

4.9 硅胶固相萃取柱:500 mg/3 mL或相当者。使用前用5 mL正己烷(4.1)预淋洗,使之保持润湿。

4.10 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。
- 5.2 可控温的超声波发生器:工作频率为 40 kHz 或 45 kHz,60 ℃时控温精度为 ± 2 ℃。
- 5.3 恒温水浴真空旋转蒸发仪:控温精度为 ± 2 ℃。
- 5.4 固相萃取装置。
- 5.5 氮吹仪。
- 5.6 分析天平:感量为 0.000 1 g 与 0.01 g。
- 5.7 提取器:带螺旋盖的离心管,50 mL。
- 5.8 150 mL 平底烧瓶。
- 5.9 聚四氟乙烯滤膜:0.45 μm 。

6 分析步骤

6.1 样品准备

取有代表性的样品剪碎成约 5 mm $\times$ 5 mm,混匀。

6.2 提取

准确称取 1 g 上述剪碎样品(6.1),精确至 0.01 g,置于 50 mL 带螺旋盖的离心管(5.7)中,加入 30 mL 正己烷+丙酮(4.4)提取液,密封后,在 60 ℃水浴的超声波发生器(5.2)中,超声提取 30 min,冷却至室温后,将提取液完全转移至 150 mL 平底烧瓶(5.8);再用 30 mL 正己烷+丙酮(4.4)重复超声提取一次。合并以上提取溶液,在 35 ℃水浴中减压旋转蒸发至近干(不应蒸干)。加入 2 mL 正己烷(4.1)溶解样液,待净化处理。

6.3 净化和定容

将 6.2 处理后的样液转移至固相萃取柱中(4.9),控制流速为 0.5 滴/s,再加入 5 mL 正己烷洗脱,弃掉以上洗脱液。然后加入 5 mL 正己烷+二氯甲烷(4.5)淋洗,收集淋洗液,在 35 ℃水浴中,用氮吹仪(5.5)缓慢吹至近干,用正己烷定容至 2.0 mL,用 0.45 μm 滤膜(5.9)将样液过滤至小样品瓶中,待气相色谱-质谱分析。

注:无需对每个样品进行净化,可选择地对有干扰类物质的样品进行净化。

6.4 测定

6.4.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数,用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:DB-5MS 石英毛细管柱,30 m $\times$ 0.25 mm(内径) $\times$ 0.25 μm (膜厚),或相当者;
- b) 柱温:50 ℃(0 min) $\xrightarrow{20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 250 ℃(0 min) $\xrightarrow{5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 310 ℃(5 min);
- c) 进样口温度:270 ℃;
- d) 质谱接口温度:280 ℃;
- e) 四极杆温度:150 ℃;
- f) 离子源温度:230 ℃;

- g) 电离方式:EI;
- h) 电离能量:70 eV;
- i) 测定方式:选择离子监测模式;
- j) 进样量:1 μ L;
- k) 进样方式:不分流进样;
- l) 载气:氮气(纯度 $\geq 99.999\%$),流量 1.0 mL/min;
- m) 溶剂延迟:4 min。

6.4.2 气相色谱-质谱定性及定量分析

根据样液中被测物质含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液(4.8)与样液等体积参插进样,标准工作溶液和待测样液中每种多环芳烃的响应值均应在仪器检测线性范围内。必要时对样液进行适当稀释。

注:在上述气相色谱-质谱条件下,16种多环芳烃的保留时间、定性离子和定量离子及丰度比参见附录B;16种多环芳烃的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录C。

如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,可根据附录B中每种多环芳烃列出的选择离子的种类及其丰度比对其进行确证。

6.4.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

7 结果计算

样品中多环芳烃含量按式(1)计算,结果表示到小数点后一位。计算结果需将空白值扣除。

$$X_i = \frac{c_i \times A_i \times V \times F}{A_{is} \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i ——样品中多环芳烃*i*的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——标准工作溶液中多环芳烃*i*的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_i ——样液中多环芳烃*i*峰面积;
- A_{is} ——标准工作溶液中多环芳烃*i*峰面积;
- V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- F ——稀释因子;
- m ——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

8 测定低限、回收率和精密度

8.1 测定低限

本方法对纺织品中16种多环芳烃的测定低限均为0.1 mg/kg。

8.2 回收率

本方法16种多环芳烃的回收率是对色牢度试验用三种标准贴衬织物进行添加回收率试验获得的。几种标准贴衬织物的回收率参见附录D。

8.3 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%。大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

9 试验报告

试验报告至少应给出下述内容:

- a) 样品描述;
- b) 采用的标准;
- c) 试验结果,以 16 种多环芳烃总量和苯并[a]芘含量分别表示;
- d) 试验日期;
- e) 任何偏离本标准的细节。

附 录 A
(规范性附录)
16 种多环芳烃清单

表 A.1 16 种多环芳烃清单

序号	中文名称	英文名称	CAS 编号	分子式
1	萘	naphthalene	91-20-3	C ₁₀ H ₈
2	萘烯	acenaphthylene	208-96-8	C ₁₂ H ₈
3	萘	acenaphthene	83-32-9	C ₁₂ H ₁₀
4	芴	fluorene	86-73-7	C ₁₃ H ₁₀
5	菲	phenanthrene	85-01-8	C ₁₄ H ₁₀
6	蒽	anthracene	120-12-7	C ₁₄ H ₁₀
7	荧蒽	fluoranthene	206-44-0	C ₁₅ H ₁₀
8	苈	pyrene	129-00-0	C ₁₆ H ₁₀
9	苯并[a]蒽	benzo[a]anthracene	56-55-3	C ₁₈ H ₁₂
10	蒽	chrysene	218-01-9	C ₁₈ H ₁₂
11	苯并[b]荧蒽	benzo[b]fluoranthene	205-99-2	C ₂₀ H ₁₂
12	苯并[k]荧蒽	benzo[k]fluoranthene	207-08-9	C ₂₀ H ₁₂
13	苯并[a]苈	benzo[a]pyrene	50-32-8	C ₂₀ H ₁₂
14	茚并[1,2,3-cd]苈	indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	C ₂₂ H ₁₂
15	二苯并[a,h]蒽	dibenzo[a,h]anthracene	53-70-3	C ₂₂ H ₁₂
16	苯并[g,h,i]苈	benzo[g,h,i]perylene	191-24-2	C ₂₂ H ₁₄

附 录 B
(资料性附录)

16 种多环芳烃保留时间、定性离子和定量离子及丰度比

表 B.1 16 种多环芳烃保留时间、定性离子和定量离子及丰度比

序号	物质名称	保留时间 min	特征碎片离子 amu		丰度比
			定量	定性	
1	萘	4.780	128	102,127,129	100 : 7.5 : 12.6 : 10.9
2	蒽烯	6.665	152	76,151,153	100 : 7.5 : 19.3 : 12.9
3	蒽	6.877	153	76,152,154	100 : 14 : 47.9 : 95.4
4	芴	7.507	166	139,165,167	100 : 7.2 : 91.1 : 13.2
5	菲	8.674	178	152,176,179	100 : 8.6 : 18.4 : 15.1
6	葱	8.736	178	152,176,179	100 : 7.0 : 17.7 : 15.3
7	荧葱	10.126	202	101,200,203	100 : 9.4 : 19.8 : 17.3
8	苊	10.413	202	101,200,203	100 : 10.8 : 20 : 17.3
9	苯并[a]葱	12.411	228	114,226,229	100 : 9.2 : 25.6 : 19.5
10	屈	12.480	228	113,226,229	100 : 8.6 : 28.1 : 19.6
11	苯并[b]荧葱	14.883	252	126,250,253	100 : 11 : 22.3 : 21.6
12	苯并[k]荧葱	14.953	252	125,250,253	100 : 11.9 : 21.7 : 21.8
13	苯并[a]苊	15.696	252	126,250,253	100 : 11.8 : 22.6 : 21.7
14	茚并[1,2,3-cd]苊	18.700	276	138,274,277	100 : 17.0 : 20.0 : 23.7
15	二苯并[a,h]葱	18.829	278	139,276,279	100 : 15.3 : 26.6 : 24.1
16	苯并[g,h,i]苊	19.371	276	138,274,277	100 : 18.5 : 20.8 : 23.6

表 D.2 (续)

序号	物质名称	添加 0.1 mg/kg		添加 0.2 mg/kg		添加 1.0 mg/kg	
		回收率($\bar{x} \pm s$) %	RSD %	回收率($\bar{x} \pm s$) %	RSD %	回收率($\bar{x} \pm s$) %	RSD %
9	苯并[a]蒽	75±7.4	9.9	80.2±5.4	6.7	86.3±5.7	6.6
10	蒽	75.8±6.3	8.3	94.8±3.5	3.7	101±4.0	3.9
11	苯并[b]荧蒽	68±6.4	9.4	79.2±5.5	6.9	100±5.7	5.7
12	苯并[k]荧蒽	81.7±5.0	6.2	94.2±7.2	7.7	103±2.4	2.4
13	苯并[a]芘	78.5±6.5	8.2	88.2±7.5	8.5	99±3.6	3.7
14	茚并[1,2,3-cd]芘	81±6.2	7.6	96.1±3.6	3.8	102±6.4	6.2
15	二苯并[a,h]蒽	86.8±5.5	6.3	77.8±7.0	9.0	100±5.2	5.2
16	苯并[g,h,i]芘	67.9±6.2	9.2	82.4±5.8	7.0	92.7±8.0	8.7

表 D.3 涤纶贴衬布的添加回收率(n=6)

序号	物质名称	添加 0.1 mg/kg		添加 0.2 mg/kg		添加 1.0 mg/kg	
		回收率($\bar{x} \pm s$) %	RSD %	回收率($\bar{x} \pm s$) %	RSD %	回收率($\bar{x} \pm s$) %	RSD %
1	苯	71.7±6.9	9.6	83±7.3	8.8	96.8±5.5	5.70
2	萘烯	76.2±6.8	8.9	95.2±9.1	9.5	100±3.03	3.0
3	萘	67.7±4.8	7.2	86.5±6.2	7.2	92.7±7.7	8.3
4	苊	74.8±5.9	7.9	88.5±7.9	8.9	96.7±9.7	10.0
5	菲	76.5±6.2	8.0	98.5±9.2	9.4	98.5±4.2	4.3
6	蒽	80.2±6.0	7.5	97±7.0	7.2	102.7±4.7	4.6
7	荧蒽	78.5±5.7	7.2	95.3±7.9	8.3	99.8±8.0	8.0
8	芘	72.8±3.6	4.9	89.2±7.7	8.7	93.5±9.2	9.9
9	苯并[a]蒽	73.8±7.2	9.7	77.8±6.3	8.1	92.7±8.8	9.5
10	蒽	78±7.2	9.2	94.7±3.1	3.2	101.5±3.7	3.7
11	苯并[b]荧蒽	75.7±5.9	7.8	82±7.6	9.3	103.8±4.2	4.0
12	苯并[k]荧蒽	80.2±5.5	6.8	98.2±8.8	9.0	101±4.6	4.6
13	苯并[a]芘	74.9±6.4	8.6	85.5±8.4	9.8	100.5±3.3	3.3
14	茚并[1,2,3-cd]芘	80.5±7.1	8.8	99.2±4.1	4.1	102±6.5	6.4
15	二苯并[a,h]蒽	87.3±5.7	7.7	86.7±8.4	9.7	99.5±7.6	7.6
16	苯并[g,h,i]芘	67.8±6.7	9.9	84.7±5.7	6.7	94.7±9.7	10.3