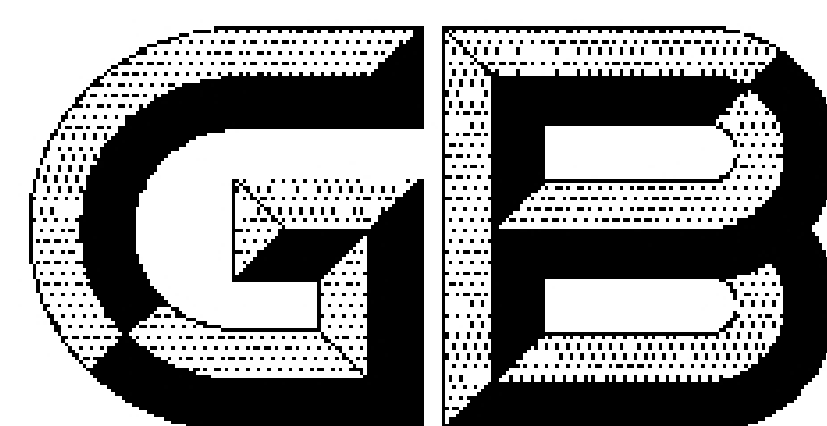




中华人民共和国国家标准

GB/T 35862—2018

表面活性剂 挥发性有机化合物 残留量的测定 顶空气相色谱质谱 (GC-MS)联用法

Surface active agents—Determination of volatile organic compounds residues—
Headspace gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

本标准由全国化学标准化技术委员会(特种)界面活性剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 8)归口。

本标准起草单位:上海天祥质量技术服务有限公司、浙江皇马科技股份有限公司。

本标准主要起草人:宁巧玉、凌丽君、谢雪琴、张静洁、黄胜、唐福伟、夏益初。

表面活性剂 挥发性有机化合物 残留量的测定 顶空气相色谱质谱 (GC-MS)联用法

1 范围

本标准规定了采用顶空气相色谱质谱联用技术测定表面活性剂中挥发性有机化合物残留量的方法。

本标准适用于各种表面活性剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

挥发性有机化合物 volatile organic compounds; VOCs

在 101.3 kPa 标准压力下,任何初沸点低于或等于 250 °C 的有机化合物。

4 原理

待测样品置于顶空瓶中,密封,于顶空进样仪中加热一定时间后,将样品中的挥发性组分直接导入气相色谱仪进行分离与检测,以甲苯的响应系数计算沸点低于 250 °C 的有机化合物浓度。

5 试剂

5.1 甲醇

纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.2 甲苯

纯度 $\geq 98\%$ 。

5.3 标记物

用于按 VOCs 定义区分 VOCs 组分与非 VOCs 组分的化合物。本标准中为己二酸二乙酯(沸点 251 °C)。

6 仪器

6.1 分析天平

感量为 0.1 mg。

6.2 顶空气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)

柱温可达 230 °C,并带有 MSD 检测器。

6.3 顶空进样器

可控制在 (90 ± 1) °C。

6.4 仪器附件

适合顶空设备使用的 20 mL 玻璃瓶、密封垫及封口钳。

6.5 色谱柱

DB-VRX(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m)或相当型号。

6.6 容量瓶

容量为 25 mL、50 mL、100 mL。

6.7 移液器

容量为 0.1 mL $\pm$ 0.001 mL、1.00 mL $\pm$ 0.01 mL、5.00 mL $\pm$ 0.01 mL。

7 标准溶液配制

7.1 标记物溶液

7.1.1 标记物储备液

在 25 mL 的容量瓶中加入大约 10 mL 甲醇,称取 25 mg $\pm$ 1 mg 的己二酸二乙酯,用甲醇定容并混匀。此溶液含己二酸二乙酯 1 000 mg/L。

7.1.2 标记物工作液

在 50 mL 的容量瓶中加入大约 10 mL 甲醇,移取 5 mL 1 000 mg/L 己二酸二乙酯,用甲醇定容并混匀。此溶液含己二酸二乙酯 100 mg/L。

7.2 标准储备液

在 100 mL 的容量瓶中加入大约 10 mL 甲醇,称取 10 mg $\pm$ 1 mg 的甲苯,用甲醇定容并混匀。此溶液含甲苯 100 mg/L。

7.3 标准工作溶液

按表 1 移取不同体积的标准储备溶液至 50 mL 的容量瓶,用甲醇定容并混匀。配制成不同浓度的标准工作液,用于色谱定量分析。

表 1 各标准工作溶液配制

标准工作溶液编号	A	B	C	D	E
标准储备液体积/mL	0.05	0.25	1.0	5.0	10
甲苯/(mg/L)	0.10	0.50	2.0	10	20

8 样品准备

8.1 样品分样

按照 GB/T 13173 的规定获取小份的测试样品。

8.2 制备测试样品溶液

分别在 2 个顶空样品瓶中加入 2.00 g±0.01 g 试样作为平行样品。若测试中发现挥发物浓度过高,可酌减样品量并重新测试。

8.3 制备标准曲线

准备 6 个顶空瓶,分别往其中 5 个顶空样品瓶中,加 1.00 mL 的标准溶液 A、B、C、D、E,另外一个顶空瓶中加 1.00 mL 标记物工作液,再分别加入 1 mL 水,立即加盖密封,甲苯含量分别为 0.1 μg、0.5 μg、2.0 μg、10 μg、20 μg。

9 程序

9.1 检测条件

- 检测条件应符合以下要求:
- 进样口温度:230 ℃;

——载气:氦气,流速 1 mL/min;

——柱温:程序升温,50 ℃保持 2 min,以 12 ℃/min 升至 100 ℃,然后以 35 ℃/min 升至 230 ℃;

——检测器:MSD;

——电离方式:电子轰击电离(EI),电离能量 70 eV;

——扫描方式:全扫描;

——顶空参数:80 ℃,平衡 40 min,进样时间 1 min,进样量 1 mL。

9.2 检测

如 8.2、8.3 中的描述制备样品及标准曲线,将顶空样品瓶放入顶空进样设备,按照 9.1 中给出的色谱条件进行分析。扫描得到色谱图并记录在标记物之前出峰的化合物峰面积。

10 结果表示

10.1 按式(1)计算试样中在标记物之前出峰的挥发性有机化合物(*i*)含量:

$$m_i = \frac{x_i}{M}$$

.....(1)

式中：

m_i ——由甲苯标准曲线定量计算得到的测试试样中挥发性有机化合物(i)的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)；

x_i ——由甲苯标准曲线定量计算得到的测试试样中挥发性有机化合物(i)的质量,单位为微克(μg)；

M ——测试样品的质量,单位为克(g)。

10.2 按式(2)计算试样中所含的挥发性有机化合物总量：

$$w(\text{VOC}) = \sum m_i \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w(\text{VOC})$ ——试样中 VOC 含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

m_i ——由甲苯标准曲线定量计算的测试试样中挥发性有机化合物 i 的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)。

11 精密度

重现性:同一操作者两次测试结果的相对偏差应小于 10%。

12 检出限

本方法的检出限为 0.05 mg/kg,定量限为 0.1 mg/kg。

13 测试报告

试验结果报告应包括以下内容：

- 所用测定方法(引用本标准)；
- 测试结果及表示方法；
- 试验日期；
- 任何偏离本标准的细节。
