



中华人民共和国国家标准

GB/T 28023—2011

絮用纤维制品抗菌整理剂残留量的测定

Determination of the antimicrobial agent residues for
products with filling materials

2011-10-31 发布

2012-02-01 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。

本标准由中国纤维检验局提出并归口。

本标准由广州市纤维产品检测院、国家纤维质量监督检验中心、宁波市纤维检验所负责起草。

本标准主要起草人：吴淑焕、刘丽琴、周硕、秦言华、姜逊、钱微君、杨欣卉。

絮用纤维制品抗菌整理剂残留量的测定

警告:使用本标准的人员应有化学实验室工作经验。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

本标准规定了采用气相色谱-质谱(GC/MS)测定絮用纤维制品中抗菌整理剂[1,2-二溴-3-氯丙烷、 α -溴代肉桂醛、2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚和 2-(4'-噻唑基)苯并咪唑]含量的方法。

本标准适用于絮用纤维制品。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 18383 絮用纤维制品通用技术要求

3 术语和定义

GB 18383 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试样用丙酮经超声萃取两次,萃取液浓缩定容后,用气相色谱-质谱测定和确证,外标法定量。

5 试剂

5.1 丙酮

分析纯。

5.2 抗菌整理剂标准品

见附录 A,纯度 $\geq 98\%$ 。

5.3 标准溶液

5.3.1 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

用丙酮将附录 A 中表 A.1 所列的抗菌整理剂标准物质分别配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液。

注:此溶液保存在棕色瓶中,置于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 的冰箱中,有效期为一个月。

5.3.2 标准工作溶液

使用前,根据需要用丙酮逐级稀释成适用浓度的系列标准工作溶液,该溶液要现用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪(GC/MS)。
- 6.2 50 mL 带旋盖的试管。
- 6.3 超声波发生器。
- 6.4 0.45 μm 滤膜。
- 6.5 旋转蒸发仪。
- 6.6 天平:感量 1 mg。

7 样品的制备和萃取

7.1 取样

取代表性样品,剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混合。从混合样中称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g。

7.2 萃取、过滤

将试样置于 50 mL 带旋盖的试管(6.2)中,加入 20 mL 丙酮,置于超声波发生器(6.3)中萃取 15 min,将萃取液转移至圆底烧瓶;残渣再用 20 mL 丙酮萃取 15 min,合并萃取液,用旋转蒸发仪(6.5)浓缩至近干,用丙酮准确定容至 1 mL,用滤膜(6.4)过滤,作为样液供 GC/MS 分析。

注:当试样为棉花等絮状物时,可适当增加萃取液体积,以至少浸没试样为准。

8 气相色谱-质谱(GC/MS)分析

8.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出气相色谱-质谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数证明是可行的:

- a) 气相毛细管柱:DB-17MS 石英毛细管柱, 30 m×0.25 mm(i. d.)×0.25 μm ,或相当者;
- b) 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 质谱接口温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 柱温:70 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 240 $^{\circ}\text{C}$ (8 min);
- e) 载气:氮气(纯度 $\geq 99.999\%$),流量 1.0 mL/min;
- f) 测定方式:选择离子监测方式(SIM),监测离子参见附录 B 中表 B.1;
- g) 电离方式:EI;
- h) 电离能量:70 eV;
- i) 进样量:1 μL ;
- j) 进样方式:无分流进样。

8.2 定性分析

通过比较试样与标样的保留时间及附录 B 中表 B.1 列出的特征离子及其丰度比进行定性。气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 C 中图 C.1。

8.3 定量分析

根据定性结果,对样品进行标准曲线法(外标法)定量。

9 结果计算和表示

9.1 结果计算

试样中每种抗菌整理剂含量按下式计算:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_s \times m}$$

式中:

X_i —— 试样中抗菌整理剂 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i —— 样液中抗菌整理剂 i 的峰面积;

A_s —— 标准工作溶液中抗菌整理剂 i 的峰面积;

c_i —— 标准工作溶液中抗菌整理剂 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

9.2 结果表示

检测结果以各种抗菌整理剂的检测结果分别表示,计算结果按照 GB/T 8170 修约至一位小数。低于测定低限时,检测结果为未检出。

10 测定低限、回收率和精密度

10.1 测定低限

本方法的测定低限为 5 mg/kg。

10.2 回收率

本方法回收率为 85%~105%。

10.3 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备、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均不大于两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10% 情况不超过 5% 为前提。

11 检测报告

检测报告至少应给出下述内容：

- a) 使用的标准；
- b) 样品描述；
- c) 检测结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 检测日期。

附 录 A
(规范性附录)
4 种抗菌整理剂清单

表 A.1

序号	抗菌整理剂名称	英文名称	英文简写	CAS 编号	化学分子式	相对分子质量
1	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-dibromo-3-chloropropane	DBCP	96-12-8	$C_3H_5Br_2Cl$	236.33
2	α -溴代肉桂醛	alpha-bromocinnamaldehyde	BCA	5443-49-2	C_9H_7BrO	211.06
3	2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚	2,4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether	THDE	3380-34-5	$C_{12}H_7Cl_3O_2$	289.54
4	2-(4'-噻唑基)苯并咪唑	2-(4-thiazolyl)benzimidazole	TBI	148-79-8	$C_{10}H_7N_3S$	201.25

附 录 B
(资料性附录)

4 种抗菌整理剂定量和定性选择离子

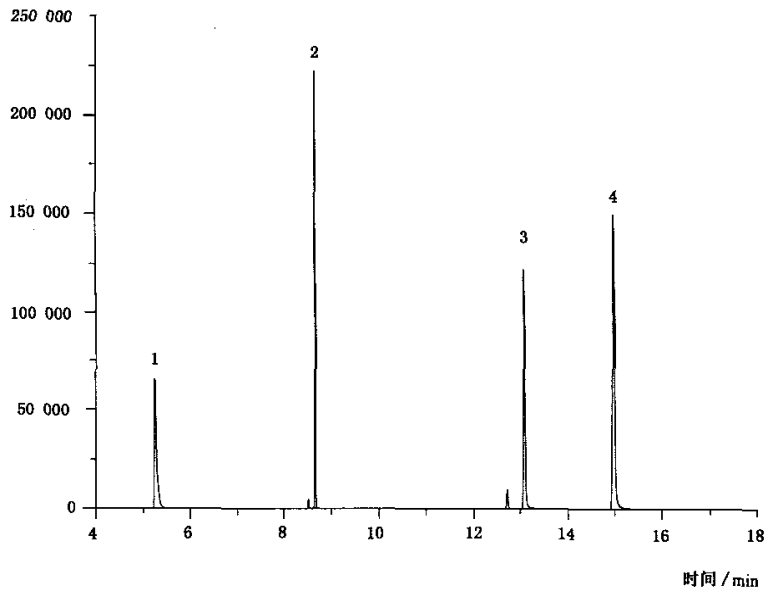
表 B.1

序号	中文名称	保留时间 min	特征碎片离子(m/z)		
			定量	定性	丰度比
1	1,2-二溴-3-氯丙烷	5.294	156.9	156.9、75.0、39.0	100 : 90 : 11
2	α -溴代肉桂醛	8.695	208.9	103.0、208.9、77.0	100 : 82 : 64
3	2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚	15.031	288.0	288.0、218.0、145.9	100 : 75 : 48
4	2-(4'-噻唑基)苯并咪唑	13.130	201.0	201.0、174.0	100 : 84

附录 C

(资料性附录)

4种抗菌整理剂标准物质气相色谱-质谱选择离子色谱图



- 1——1,2-二溴-3-氯丙烷;
2—— α -溴代肉桂醛;
3——2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚;
4——2-(4'-噻唑基)苯并咪唑。

图 C.1