



中华人民共和国国家标准

GB/T 25002—2010

纸、纸板和纸浆 水抽提液中 五氯苯酚的测定

Paper, board and pulp—Determination of
pentachlorophenol in an aqueous extract

(ISO 15320:2003, MOD)

2010-08-09 发布

2010-12-01 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

本标准修改采用 ISO 15320:2003《纸浆、纸和纸板 水抽提液中五氯苯酚的测定》。

本标准与该国际标准的主要差异如下：

- 修改了适用范围的部分内容；
- 修改了试剂与材料的部分内容(见第 4 章)；
- 增加了部分仪器设备(见第 5 章)；
- 对制备和提取进行了具体的描述(见第 6 章)；
- 修改了试验步骤的部分内容(见第 7 章)；
- 增加了检测低限和回收率(见第 9 章)；
- 增加了五氯苯酚及内标物的衍生物气相色谱保留时间(见附录 A)；
- 增加了五氯苯酚及内标物衍生物的典型气相色谱图(见附录 B)；
- 增加了五氯苯酚及内标物的衍生物参考定量离子(见附录 C)；
- 增加了五氯苯酚及内标物衍生物的典型气相色谱-质谱图(见附录 D)。

本标准与 ISO 15320:2003 的结构对比在附录 E 中列出。

本标准与 ISO 15320:2003 的技术性差异在附录 F 中列出。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 和附录 F 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：深圳出入境检验检疫局工业品检测技术中心、中国制浆造纸研究院、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、深圳市检验检疫科学研究院、国家纸张质量监督检验中心。

本标准主要起草人：杨左军、王成云、徐嵘、郭仁宏、顾浩飞、张志辉、刘闽、魏东。

纸、纸板和纸浆 水抽提液中 五氯苯酚的测定

1 范围

本标准规定了用于纸浆、纸和纸板的水抽提液中五氯苯酚的气相色谱及气相色谱-质谱测定方法。本标准适用于各种纸、纸板和纸浆的水抽提液中五氯苯酚的测定。

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 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定(GB/T 462—2008; ISO 287:1985, MOD; ISO 638:1978, MOD)

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

EN 645:1993 目的用于与食品接触的纸和纸板 冷水萃取物的制备

EN 647:1993 目的用于与食品接触的纸和纸板 热水萃取物的制备

3 原理

根据 EN 645:1993 对试样进行冷水萃取或根据 EN 647:1993 对试样进行热水萃取。采用固相萃取法将萃取液中的五氯苯酚浓缩到苯基柱上,然后用正己烷淋洗,用乙酸酐进行乙酰化,采用配有 ECD(电子捕获检测器)或 MS(质谱仪)的气相色谱仪进行测定。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 4.1 水, GB/T 6682, 一级。
- 4.2 甲醇(CH_3OH): 色谱纯。
- 4.3 正己烷(C_6H_{14}): 色谱纯。
- 4.4 乙酸酐($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$): 浓度大于等于 99%。
- 4.5 盐酸溶液: 浓度为 0.1 mol/L。
- 4.6 碳酸钾溶液: 浓度为 0.1 mol/L, 称取 13.8 g(精确至 0.1 g)碳酸钾, 溶解到一个装有少量水的烧杯中, 然后将此溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度。
- 4.7 硫酸溶液: 用蒸馏水将优级纯的硫酸配制成浓度为 1+1 的溶液。
- 4.8 内标物: 2,3,6-三氯苯酚标准品($\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_3$), 纯度大于 99%。
- 4.9 五氯苯酚标准品($\text{C}_6\text{Cl}_5\text{OH}$): 纯度大于 99%。
- 4.10 内标物储备溶液: 准确称取适量内标物(4.8), 用甲醇(4.2)配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的内标物溶液, 移取 10 mL 该溶液到 100 mL 容量瓶中, 用甲醇(4.2)稀释至刻度, 此内标物储备液浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 在 0 $^\circ\text{C}$ ~4 $^\circ\text{C}$ 冰箱中保存有效期为 6 个月。
- 4.11 五氯苯酚标准储备溶液: 用甲醇(4.2)配制成浓度为 125 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯苯酚溶液, 移取 1 mL 该溶液到 25 mL 容量瓶中, 用甲醇(4.2)稀释至刻度, 此内标物储备液浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 在 0 $^\circ\text{C}$ ~4 $^\circ\text{C}$ 冰箱