



2001 年制定



中国国家标准汇编

282

GB 18414~18466

(2001 年制定)



中国标准出版社

2002

中国国家标准汇编

282

GB 18414~18466

(2001年制定)

中国标准出版社总编室 编

*

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

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 46 $\frac{1}{4}$ 插页 1 字数 1 325 千字

2003年1月第一版 2003年1月第一次印刷

*

ISBN7-5066-2983-6/TB·900

印数 1—2 000 定价 120.00 元

网址 www.bzcbs.com

ISBN 7-5066-2983-6



9 787506 629836 >

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自1983年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。本《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 本《汇编》收入我国正式发布的全部国家标准。各分册中如有顺序号缺号的,除特殊情况注明外,均为作废标准号或空号。

3. 由于本《汇编》的出版时间与新国家标准的发布时间已达到基本同步,我社将在每年出版前一年发布的新制定的国家标准,便于读者及时使用。出版的形式不变,分册号继续顺延。

4. 由于标准不断修订,修订信息不能在本《汇编》中得到充分和及时的反映,根据多年来读者的要求,自1995年起,在本《汇编》汇集出版前一年发布的新制定的国家标准的同时,新增出版前一年发布的被修订的标准的汇编版本,视篇幅分设若干分册。这些修订标准汇编的正书名、版本形式与《中国国家标准汇编》相同,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,…”字样,作为本《汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年制定和修订的全部国家标准。

5. 由于读者需求的变化,自第201分册起,仅出版精装本。

本分册为第282分册,收入国家标准GB 18414~18466的最新版本。

中国标准出版社

2002年10月

目 录

GB/T 18414.1—2001	纺织品 五氯苯酚残留量的测定 第1部分：气相色谱-质谱法	1
GB/T 18414.2—2001	纺织品 五氯苯酚残留量的测定 第2部分：气相色谱法	6
GB/T 18415—2001	小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法	11
GB 18416—2001	家用卫生杀虫用品 盘式蚊香	16
GB 18417—2001	家用卫生杀虫用品 电热片蚊香	26
GB 18418—2001	家用卫生杀虫用品 电热液体蚊香	37
GB 18419—2001	家用卫生杀虫用品 杀虫气雾剂	52
GB 18420.1—2001	海洋石油勘探开发污染物生物毒性分级	64
GB/T 18420.2—2001	海洋石油勘探开发污染物生物毒性检验方法	68
GB 18421—2001	海洋生物质量	83
GB/T 18422—2001	橡胶和塑料软管及其组合件 透气性的测定	87
GB/T 18423—2001	橡胶和塑料软管及非增强软管 液体壁透性测定	94
GB/T 18424—2001	橡胶和塑料软管 氙弧灯曝晒 颜色和外观变化的测定	101
GB/T 18425—2001	蒸气橡胶软管试验方法	111
GB/T 18426—2001	橡胶或塑料涂覆织物 低温弯曲试验	118
GB/Z 18427—2001	液压软管组合件 液压系统外部泄漏分级	124
GB 18428—2001	自动灭火系统用玻璃球	128
GB/T 18429—2001	全封闭涡旋式制冷压缩机	137
GB/T 18430.1—2001	蒸气压缩循环冷水(热泵)机组 工商业用和类似用途的冷水(热泵)机组	149
GB/T 18430.2—2001	蒸气压缩循环冷水(热泵)机组 户用和类似用途的冷水(热泵)机组	165
GB/T 18431—2001	蒸气和热水型溴化锂吸收式冷水机组	177
GB 18432—2001	民用航空地面事故等级	193
GB/T 18433—2001	航空货运保温集装箱热性能要求	197
GB 18434—2001	油船油码头安全作业规程	206
GB 18435—2001	潜水呼吸气体	271
GB 18436—2001	轮机日志和车钟记录簿	277
GB/T 18437.1—2001	燃气汽车改装技术要求 压缩天然气汽车	289
GB/T 18437.2—2001	燃气汽车改装技术要求 液化石油气汽车	295
GB/T 18438—2001	港口起重机 验收试验规则	302
GB/T 18439—2001	港口起重机 稳定性基本要求	306
GB/T 18440—2001	港口起重机 技术性能和验收文件	310
GB/T 18441—2001	港口起重机 供需必备文件	320
GB 18442—2001	低温绝热压力容器	341
GB/T 18443.1—2001	低温绝热压力容器试验方法 容积测量	360
GB/T 18443.2—2001	低温绝热压力容器试验方法 真空度测量	364
GB/T 18443.3—2001	低温绝热压力容器试验方法 漏率测量	369
GB/T 18443.4—2001	低温绝热压力容器试验方法 漏放气速率测量	374
GB/T 18443.5—2001	低温绝热压力容器试验方法 静态蒸发率测量	378

GB/T 18444—2001	已加工安全照相胶片贮存	382
GB 18445—2001	水泥基渗透结晶型防水材料	398
GB/T 18446—2001	气相色谱法测定氨基甲酸酯预聚物和涂料溶液中未反应的甲苯二异氰酸酯 (TDI)单体	405
GB 18447.1—2001	农业轮式和履带拖拉机 安全要求	410
GB 18447.2—2001	手扶拖拉机 安全要求	414
GB/T 18448.1—2001	实验动物 体外寄生虫检测方法	417
GB/T 18448.2—2001	实验动物 弓形虫检测方法	421
GB/T 18448.3—2001	实验动物 兔脑原虫检测方法	425
GB/T 18448.4—2001	实验动物 卡氏肺孢子虫检测方法	428
GB/T 18448.5—2001	实验动物 艾美耳球虫检测方法	430
GB/T 18448.6—2001	实验动物 蠕虫检测方法	432
GB/T 18448.7—2001	实验动物 疟原虫检测方法	436
GB/T 18448.8—2001	实验动物 犬恶丝虫检测方法	439
GB/T 18448.9—2001	实验动物 肠道溶组织内阿米巴检测方法	441
GB/T 18448.10—2001	实验动物 肠道鞭毛虫和纤毛虫检测方法	443
GB/T 18449.1—2001	金属努氏硬度试验 第1部分：试验方法	446
GB/T 18449.2—2001	金属努氏硬度试验 第2部分：硬度计的检验	474
GB/T 18449.3—2001	金属努氏硬度试验 第3部分：标准硬度块的标定	480
GB 18450—2001	民用黑火药	487
GB 18451.1—2001	风力发电机组 安全要求	494
GB 18452—2001	破碎设备 安全要求	531
GB/T 18453—2001	起重机 维护手册 第1部分：总则	538
GB 18454—2001	液体食品无菌包装用复合袋	545
GB 18455—2001	包装回收标志	552
GB/T 18456—2001	包装容器 1 m ³ 金属中型散装箱	557
GB 18457—2001	制造医疗器械用不锈钢针管	564
GB 18458.1—2001	专用输液器 第1部分：一次性使用精密过滤输液器	575
GB/T 18459—2001	传感器主要静态性能指标计算方法	580
GB/T 18460.1—2001	IC卡预付费售电系统 第1部分：总则	623
GB/T 18460.2—2001	IC卡预付费售电系统 第2部分：IC卡及其管理	631
GB/T 18460.3—2001	IC卡预付费售电系统 第3部分：预付费电度表	644
GB/Z 18461—2001	激光产品的安全 生产者关于激光辐射安全的检查清单	659
GB/Z 18462—2001	激光加工机械 金属切割的性能规范与标准检查程序	678
GB 18463—2001	机动车驾驶员身体条件及其测评要求	694
GB 18464—2001	医用X射线治疗放射卫生防护要求	701
GB 18465—2001	工业γ射线探伤放射卫生防护要求	708
GB 18466—2001	医疗机构污水排放要求	717

前 言

五氯苯酚是一种重要的防腐剂。在穿着残留有五氯苯酚(PCP)的纺织品时,会通过皮肤在人体内产生生物积蓄,从而对人类造成潜在的健康威胁和生态环境的污染。因此,一些国家及国际组织对纺织品中防腐剂(防霉剂)的残留规定了严格限量。

GB/T 18414《纺织品 五氯苯酚残留量的测定》包括 2 个部分:

- 第 1 部分:气相色谱-质谱法;
- 第 2 部分:气相色谱法。

本标准为第 1 部分,采用气相色谱-质量选择检测器(GC/MSD)测定。

本标准附录 A 是标准的附录。

本标准由原国家纺织工业局提出。

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归口。

本标准起草单位:中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:牟峻、靳颖、曹锡忠、蔡建和、郑宇英。

中华人民共和国国家标准

纺织品 五氯苯酚残留量的测定 第1部分:气相色谱-质谱法

GB/T 18414.1—2001

Textiles—Determination of the residues of pentachlorophenol—
Part 1: Gas chromatography/mass spectrography

1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质量选择检测器(GC/MSD)测定纺织品中五氯苯酚残留量的方法。
本标准适用于各种纺织材料及其产品中五氯苯酚残留量的测定和确证。

2 原理

用碳酸钾溶液提取试样,提取液经乙酸酐乙酰化后以正己烷提取,用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC/MSD)测定,外标法定量,采用选择离子检测进行确证。

3 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水。

3.1 无水碳酸钾

3.2 乙酸酐。

3.3 正己烷。

3.4 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,冷却后贮于干燥器中备用。

3.5 碳酸钾溶液:0.1 mol/L水溶液,取13.8g无水碳酸钾溶于水中,并定容至1000 mL。

3.6 硫酸钠水溶液:20 g/L。

3.7 五氯苯酚标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

3.8 五氯苯酚标准溶液:准确称取适量的五氯苯酚标准品,用碳酸钾溶液(3.2)配制成浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。根据需要再用碳酸钾溶液(3.2)稀释成适用浓度的标准溶液。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。

4.2 超声波发生器:工作频率40 kHz。

4.3 离心机:4000 r/min。

4.4 分液漏斗:250 mL。

4.5 涡旋混合器。

4.6 锥形瓶:具磨口塞,250 mL。

4.7 离心管:具磨口塞,10 mL。

4.8 微量注射器:10 μL 。

5 分析步骤

5.1 提取

取 10 g 代表性的试样,剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混合。从混合样中称取 1.0 g(精确至 0.01 g)试样两份(供平行试验用),置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 100 mL 碳酸钾溶液,在超声波水浴中提取 15 min。将提取液抽滤,残渣再用 50 mL 碳酸钾溶液超声提取 5 min,合并滤液。

5.2 乙酰化

将滤液置于 250 mL 分液漏斗中,加入 2 mL 乙酸酐,振摇 2 min,准确加入 5.0 mL 正己烷再振摇 2 min,静置 5 min,弃去下层。正己烷相再加入 50 mL 硫酸钠水溶液洗涤,弃去下层。将正己烷相移入 10 mL 离心管中,加入 5 mL 硫酸钠水溶液涡旋混合 1 min,以 4 000 r/min 离心 3 min,正己烷相供气相色谱-质谱测定和确证。

5.3 标准工作溶液的制备

准确移取一定体积的适用浓度的标准溶液于 250 mL 分液漏斗中,用碳酸钾溶液稀释至 150 mL,加入 2 mL 乙酸酐,以下按 5.2 步骤进行。

5.4 测定

5.4.1 气相色谱-质谱条件

- 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.1 μm(膜厚),DB-17 石英毛细管柱或相当者;
- 色谱柱温度:50℃(2 min) $\xrightarrow{30\text{℃/min}}$ 220℃(1 min) $\xrightarrow{6\text{℃/min}}$ 260℃(1 min);
- 进样口温度:270℃;
- 色谱-质谱接口温度:260℃;
- 载气:氦气,纯度≥99.99%,1.4 mL/min;
- 电离方式:EI;
- 电离能量:70 eV;
- 测定方式:选择离子监测方式;
- 选择监测离子(m/z):264,266,268 amu;
- 进样方式:无分流进样,1.2 min 后开阀;
- 进样量:1 μL。

5.4.2 气相色谱-质谱测定及阳性结果确证

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和待测样液中五氯苯酚乙酸酯的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶液与样液等体积参插进样测定。在上述气相色谱-质谱条件下,五氯苯酚乙酸酯的保留时间约为 10.0 min。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,则根据选择离子(m/z)264、266、268(其丰度比 64:100:67)对其确证。乙酰化五氯苯酚标准物的气相色谱-质谱图见附录 A 中图 A1、A2。

5.5 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

5.6 结果计算

试样中五氯苯酚含量按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——试样中五氯苯酚含量,mg/kg;

A ——样液中五氯苯酚乙酸酯的峰面积(或峰高);

A_s ——标准工作液中五氯苯酚乙酸酯的峰面积(或峰高);

c ——标准工作液中相当五氯苯酚的浓度,μg/mL;

V ——样液最终定容体积, mL;

m ——试样量, g。

注: 计算结果需将空白值扣除。

6 测定低限、回收率、精密度

6.1 测定低限

测定低限为 0.05 mg/kg。

6.2 回收率

在样品中添加 0.05~5.00 mg/kg 五氯苯酚时, 回收率为 80%~105%。

6.3 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独立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 10%。

7 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 试验日期。

附录 A
(标准的附录)
五氯苯酚乙酸酯标准物气相色谱-质谱图

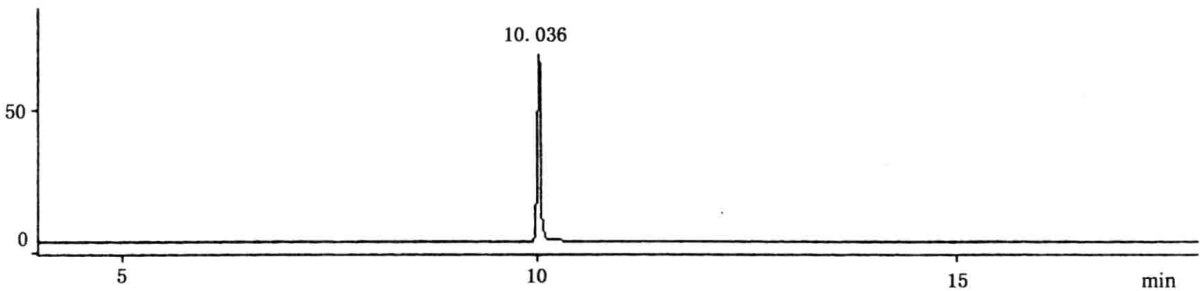


图 A1 乙酰化五氯苯酚标准物的选择离子色谱图

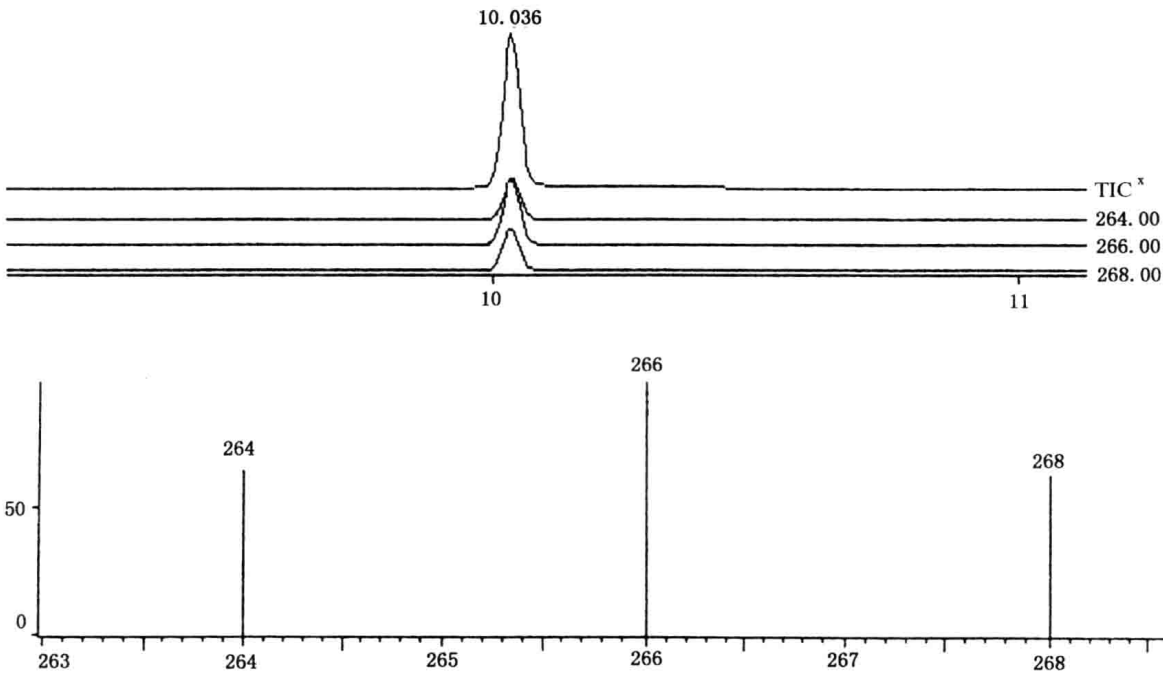


图 A2 乙酰化五氯苯酚标准物的选择离子质谱图

前 言

五氯苯酚是一种重要的防腐剂。在穿着残留有五氯苯酚(PCP)的纺织品时,会通过皮肤在人体内产生生物积蓄,从而对人类造成潜在的健康威胁和生态环境的污染。因此,一些国家及国际组织对纺织品中防腐剂(防霉剂)的残留规定了严格限量。

GB/T 18414《纺织品 五氯苯酚残留量的测定》包括 2 个部分:

——第 1 部分:气相色谱-质谱法;

——第 2 部分:气相色谱法。

本标准为第 2 部分,采用气相色谱-电子俘获检测器(GC/ECD)测定。

本标准附录 A 是标准的附录。

本标准由原国家纺织工业局提出。

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归口。

本标准起草单位:中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:蔡建和、曹锡忠、牟峻、靳颖、郑宇英、徐鑫华。

中华人民共和国国家标准

纺织品 五氯苯酚残留量的测定 第2部分：气相色谱法

GB/T 18414.2—2001

Textiles—Determination of the residues of pentachlorophenol—
Part 2: Gas chromatography method

1 范围

本标准规定了采用气相色谱-电子俘获检测器(GC/ECD)测定纺织品中五氯苯酚残留量的方法。
本标准适用于各种纺织材料及其产品中五氯苯酚残留量的测定。

2 原理

用碳酸钾溶液提取试样,提取液经乙酸酐乙酰化后以正己烷提取,用配有电子俘获检测器的气相色谱仪(GC/ECD)测定,外标法定量。

3 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水。

- 3.1 无水碳酸钾。
- 3.2 正己烷。
- 3.3 乙酸酐。
- 3.4 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,冷却后贮于干燥器中备用。
- 3.5 碳酸钾溶液:0.05 mol/L水溶液,取6.9g无水碳酸钾溶于1000 mL蒸馏水中。
- 3.6 硫酸钠水溶液:20 g/L。
- 3.7 五氯苯酚标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.8 五氯苯酚标准溶液:准确称取适量的五氯苯酚标准品,用碳酸钾溶液配制成浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。根据需要再用碳酸钾溶液稀释成适用浓度的标准溶液。

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪:配有电子俘获检测器(ECD)。
- 4.2 超声波发生器:工作频率40 kHz。
- 4.3 提取器:由硬质玻璃制成管状,具有磨塞。高约10 cm,外径约3.5 cm。
- 4.4 2号玻璃漏斗式滤器。
- 4.5 分液漏斗:125 mL。
- 4.6 微量注射器:10 μL 。

5 分析步骤

5.1 提取

取 10 g 有代表性的织物试样,剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混合,从混合样中称取 0.5 g(精确至 0.01 g)试样两份(供平行试验用),置于提取器中,加入 20 mL 碳酸钾溶液,于超声波发生器中提取 15 min,用 2 号玻璃漏斗式滤器过滤至分液漏斗中,残渣再分别用 20 mL、15 mL 碳酸钾溶液提取 2 次,过滤,滤液并入分液漏斗中。

5.2 乙酰化

在分液漏斗中加入 3 mL 乙酸酐,振摇 3 min,加入 5.00 mL 正己烷,振摇 3 min,静置分层后弃去下层。正己烷层用硫酸钠溶液洗 2 次(每次用量 20 mL),静置分层后弃去下层。从分液漏斗上口将正己烷层转移至具塞试管中,加入约 1 g 无水硫酸钠脱水。此溶液供气相色谱测定。

5.3 标准工作液的制备

准确吸取适量的标准溶液至分液漏斗中,加入碳酸钾溶液至总体积约 50 mL,以下按 5.2 步骤操作。

5.4 测定

5.4.1 气相色谱条件

- 色谱柱:毛细管柱,HP-50+,30 m×0.53 mm×0.5 μm 或相当者;
- 进样口温度:250℃;
- 检测器温度:320℃;
- 柱温:150℃(1 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 210℃ $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 260℃(5 min);
- 载气:氮气,纯度≥99.999%,流量 8 mL/min;
- 进样量:2 μL。

注:所有色谱条件需保证五氯苯酚组分峰与杂质峰完全分离。

5.4.2 色谱测定

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液,按 5.4.1 条件进行色谱分析。标准工作溶液和待测样液中五氯苯酚乙酸酯的响应值均应在仪器检测的线性范围内。乙酰化五氯苯酚标准物的气相色谱图见附录 A。

5.4.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

5.5 结果计算

试样中五氯苯酚残留量按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——试样中五氯苯酚含量,mg/kg;

A——样液中五氯苯酚乙酸酯的峰面积(或峰高);

A_s——标准工作液中五氯苯酚乙酸酯的峰面积(或峰高);

c——标准工作液中相当五氯苯酚的浓度,μg/mL;

V——样液最终定容体积,mL;

m——最终样液代表的试样量,g。

注:计算结果需将空白值扣除。

6 测定低限、回收率、精密度

6.1 测定低限

测定低限为 0.02 mg/kg。

6.2 回收率

在样品中添加 0.02~0.50 mg/kg 五氯苯酚时,回收率为 80%~105%。

6.3 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独立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10%。

7 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 试验日期。

附 录 A

(标准的附录)

乙酰化五氯苯酚标准物气相色谱图

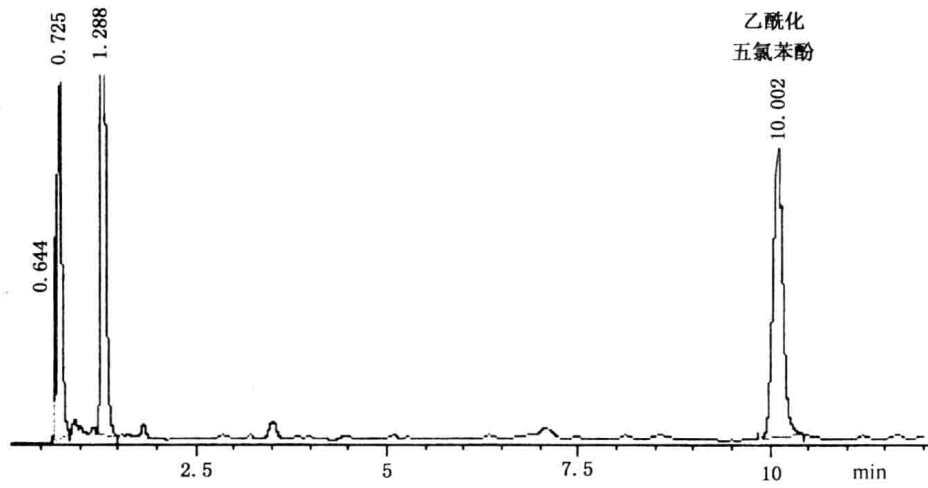


图 A1 乙酰化五氯苯酚标准物气相色谱图

前 言

本标准参考美国 AOAC 935.34《面粉中的过氧化苯甲酰漂白剂(苯甲酸)——光度法》、AOAC 983.16《食品中的苯甲酸和山梨酸(气相色谱法)》、日本厚生省环境卫生局汇编标准方法中关于面粉中过氧化苯甲酰的分析方法以及 GB/T 5009.29—1996《食品中山梨酸、苯甲酸的测定方法》中的有关原理和技术内容,在试验的基础上,通过简化操作步骤,提高方法的可操作性和准确性而研究制定。

本标准由国家粮食局提出并归口。

本标准起草单位:国家粮食局谷物油脂化学研究所、国家粮油质量监督检验中心。

本标准主要起草人:凌家煜、周光俊、尚艳娥、阮玲、周谔非。