



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X

## 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分： 六氯代苯含量的测定 气相色谱法

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —  
Part 2: Hexachlorobenzene by gas chromatography

(ISO 22863-2:2020)

草案版次选择

本稿完成时间：2024-03-20

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 试剂和材料 .....	1
6 仪器和设备 .....	2
7 试样制备 .....	2
8 测定步骤 .....	2
8.1 提取 .....	2
8.2 净化 .....	2
8.3 测定 .....	2
9 结果计算和表述 .....	3
10 方法的测定低限、回收率 .....	3
10.1 定量限 .....	<b>错误! 未定义书签。</b>
10.2 测定回收率 .....	3
11 测定报告 .....	4

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国烟花爆竹标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省烟花爆竹产品安全质量检验中心，长沙海关技术中心，浏阳市颐和隆烟花集团有限公司

本文件主要起草人：张光辉、黄倩、钟际豪、屈湘水、张端腾、胡宇东、付善良。

GB/T XXXXX-1是下列系列标准的一部分：

- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第1部分：总则
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分：六氯代苯含量的测定 气相色谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第3部分：铅和铅化合物含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分：铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分：铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第6部分：粒度小于40 $\mu\text{m}$ 铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第10部分：硝化纤维素中氮含量的测定 硫酸亚铁滴定法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第11部分：磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第12部分：苦味酸含量的测定 高效液相色谱法

# 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分：六氯代苯含量的测定 气相色谱法

## 1 范围

本文件规定了烟花爆竹烟火药剂中六氯代苯的气相色谱检测方法。  
本文件适用于烟花爆竹烟火药剂中六氯代苯的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 XXXX-1 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第1部分：总则

## 3 术语和定义

GB/T XXXX-1规定的术语和定义适用于本标准。

## 4 方法原理

烟火药剂样品中的六氯代苯经正己烷提取、浓硫酸净化后，用配备氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪进行分离测定，以保留时间定性，外标法定量。

## 5 试剂和材料

除特殊规定外，所有试剂均为分析纯，应验证试剂是否适用于此分析用途且不含干扰物质。

实验室应制订应对易燃易爆物质、强酸和有毒物质的操作安全规程。操作人员应穿戴适当的防护装备并遵守适当的安全规则相关的安全要求，有应对突发事件或紧急情况的安全措施。

5.1 六氯代苯标准品：分子式，C<sub>6</sub>Cl<sub>6</sub>，CAS：118-74-1，纯度为99.5%。

5.2 浓硫酸：98%。

5.3 萃取溶剂：色谱纯（例如正己烷或正庚烷）。

5.4 标准储备溶液：准确称取适量的六氯代苯标准品（5.1）（精确至0.1 mg），用正己烷（5.3）配成100 μg/mL的储备液，于0℃~4℃低温保存。

5.5 标准中间溶液：准确吸取1.0 mL标准储备溶液于10 mL容量瓶中，用正己烷（5.3）溶解并定容至刻度，配制浓度为10 μg/mL标准中间溶液。标准中间溶液在0℃~4℃低温保存。

5.6 标准工作溶液：通过稀释标准中间溶液（5.5），制备至少四种具有不同浓度的六氯代苯溶液，浓度分别为0.5 μg/mL，1.0 μg/mL，2.0 μg/mL和5.0 μg/mL。

## 6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪，配备氢火焰离子化检测器（FID），氢气发生器。

a) 色谱柱：HP-5石英毛细管柱（30 m×0.25 mm（内径）×0.25 μm，），或相当者；

b) 升温程序：初始温度100℃保持1 min，以20℃/min速度升到180℃保持1 min，再以10℃/min升到280℃；

c) 进样口温度：200℃；

d) 检测器温度：300℃；

e) 载气：氮气，纯度大于等于99.99%，流量1.0 mL/min；

f) 氢气：40 mL/min；

g) 空气：400 mL/min；

h) 尾吹气：30 mL/min；

i) 进样方式：无分流进样；

j) 进样量：1 μL。

6.2 分析天平：感量0.1 mg。

6.3 离心机：大于或等于3000 r/min。

6.4 快速混匀器。

6.5 多功能微量样品处理仪或其它相当的仪器。

6.6 刻度离心管：5 mL、10 mL。

6.7 玻璃试管：10 mL。

6.8 尖嘴吸管。

## 7 试样制备

按照 GB/T XXXXX-1 的 5.2 和 5.3 要求制备试样。

## 8 测定步骤

### 8.1 提取

8.1.1 称取 1g（精确至 0.001 g）试样于 10 mL 刻度离心管(6.6)中，加入 2 mL 正己烷(5.3)，在混匀器(6.4)上混匀 2 min，于 3000 r/min(6.3)下离心 2 min，吸取上清液于 10 mL 具塞刻度离心管中。

8.1.2 将残渣用正己烷再重复提取 2 次，每次加 2 mL 正己烷，合并上层正己烷层，在微量化处理仪(6.5)上 40℃吹至 1 mL 以下，取出定容至 1 mL，混匀。

### 8.2 净化

8.2.1 定容后的试样经浓硫酸(5.2)净化至上层无色后，3000 r/min 下离心 2 min，将正己烷层转入进样小瓶，供气相色谱分析。

### 8.3 测定

8.3.1 将1 μL第一标准工作溶液（5.6）放入气相色谱仪（6.1）中。按照仪器说明进行测定，并记录第一标准工作溶液样品的气相色谱图。用其他三种标准工作溶液（5.6）重复测定并记录相应的色谱图。计算标准工作溶液的四个样品中六氯代苯的峰面积（见附录A）。

8.3.2 将1 μL净化的样品溶液（8.2）放入气相色谱仪（6.1）中。按照仪器说明进行测定，并记录样品溶液的气相色谱图。计算样品溶液中六氯代苯的峰面积A（见附件A）。

8.3.3 确定哪种标准工作溶液的峰面积A最接近样品溶液的峰面积。将1.0 mL标准工作溶液与1.0 mL样品溶液混合。将1 μL混合溶液放入气相色谱仪（6.1）中。按照仪器说明进行测定，并记录样品溶液的气相色谱图。计算混合物中六氯代苯的峰面积A（见附录A）。

8.3.4 在6.1所述的气相色谱条件下，六氯代苯参考保留时间约为8.2分钟。

8.3.5 标准品的色谱图参见附录A中图 A.1。

## 9 结果计算和表述

计算以下数值：

$$Q = 2 \cdot A_M - A_S - A$$

式中：

$Q$ ——用来判定标液和样液中 HCB 浓度是否接近；

$A_M$ ——标液和样液 1:1 混合液中 HCB 的峰面积；

$A_S$ ——标准工作液中六氯代苯的峰面积；

$A$ ——样液中六氯代苯的峰面积；

上述数值应接近于零。

如符合，用色谱数据处理器（PDP）或公式（1）计算样品中的六氯代苯含量：

$$X = \frac{A \times C_S \times V}{A_S \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$X$ ——样品中六氯代苯的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$A$ ——样液中六氯代苯的峰面积；

$C_S$ ——标准工作液中六氯代苯的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$A_S$ ——标准工作液中六氯代苯的峰面积；

$V$ ——样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——最终样液所代表的试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。

如  $Q$  不接近零，则无法从测量中得出结论。

## 10 方法的检出限、回收率

### 10.1 检出限

本方法的检出限为：1.0 mg/kg。

### 10.2 回收率

六氯代苯的质量浓度在 0.5~5 mg/kg 时，加标回收率为 84.2% ~101.6%之间。

## 11 测定报告

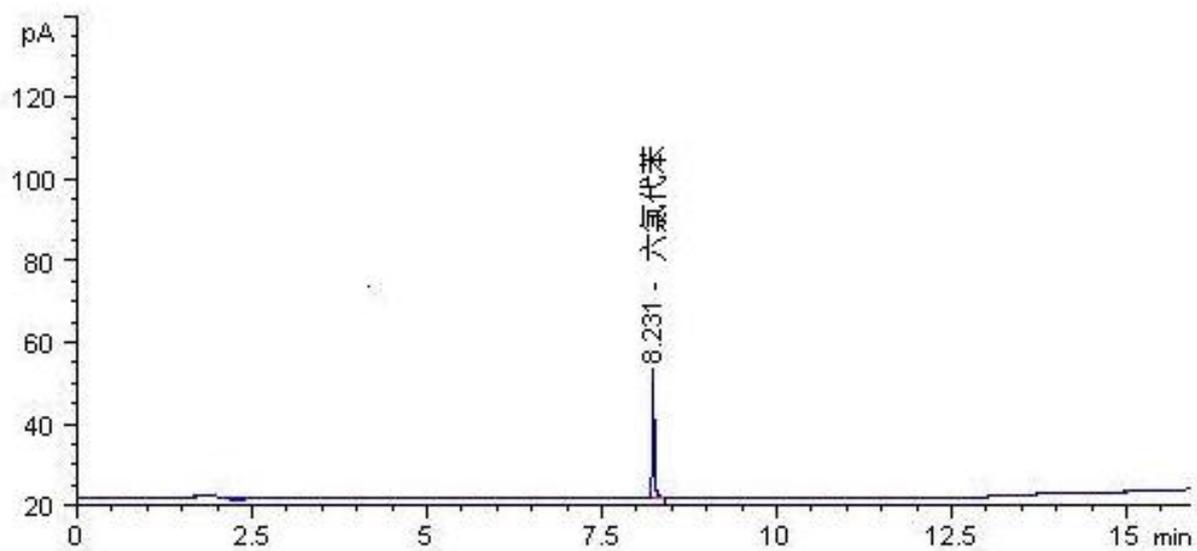
测定报告应包括下列信息：

- a) 测定实验室名称和地址；
- b) 试验报告签发日期；
- c) 依据标准代号，如 GB/T XXXXX-2；
- d) 试样本身及根据 GB/T XXXXX-1 制样的必要情况说明；
- e) 测定结果；
- f) 测定过程中存在的任何异常特性。

附录 A

(资料性附录)

六氯代苯的标准气相色谱图



图A 六氯代苯标准品气相色谱图