ICS 59.080.01
W 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 31126.2—XXXX

纺织品 全氟及多氟化合物的测定 第2部分：气质联用法

Textiles — Determination of per- and polyfluorinated compounds —

Part 2：Gas chromatography-mass spectrometry method

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布　　XXXX-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

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。

本文件为GB/T 31126的第2部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

纺织品 全氟及多氟化合物的测定 第2部分：气质联用法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了采用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定纺织品中某些全氟及多氟化合物的方法。本文件适用于各类纺织品。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

用叔丁基甲醚超声提取试样中的全氟及多氟化合物，提取液浓缩后经微孔滤膜过滤，用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 叔丁基甲醚：色谱纯。
5.2 全氟丁基乙醇(4:2FTOH)：CAS 号 2043-47-2。
5.3 全氟己基乙醇(6:2FTOH)：CAS 号 647-42-7。
5.4 全氟辛基乙醇(8:2FTOH)：CAS 号 678-39-7。
5.5 全氟癸基乙醇(10:2FTOH)：CAS 号 865-86-1。
5.6 全氟己基乙基丙烯酸酯(6:2FTA)：CAS 号 17527-29-6。
5.7 全氟辛基乙基丙烯酸酯(8:2FTA)：CAS 号 27905-45-9。
5.8 全氟癸基乙基丙烯酸酯(10:2FTA)：CAS 号 17741-60-5。
5.9 全氟辛酸甲酯(Me-PFOA)：CAS 号 376-27-2。
5.10 全氟辛酸乙酯(Et-PFOA)：CAS 号 3108-24-5。
5.11 2-(全氟辛基)乙基甲基丙烯酸酯(8:2FTMA)：CAS 号 1996-88-9。
5.12 标准溶液
5.12.1 标准储备溶液：分别准确称取 5.2～5.11 中所列的标准物质，用叔丁基甲醚(5.1)溶解、定容，分别配制成浓度为 500 mg/L 的单组分目标化合物标准储备溶液。
5.12.2 混合标准中间溶液：从标准储备溶液(5.12.1)分别准确移取 1 mL 置于同一容量瓶中，用叔丁基甲醚(5.1)定容至 100 mL，配制成 5 mg/L 的混合标准中间溶液。
5.12.3 标准工作溶液：根据需要配制。如吸取适量混合标准中间溶液(5.12.2)，用叔丁基甲醚(5.1)稀释，配制成浓度分别为 50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、400 μg/L、800 μg/L 的标准工作溶液。

注：在0 ℃～4 ℃下避光密闭保存，标准储备溶液的有效期为6个月，混合标准中间溶液的有效期为3个月，标准工作溶液的有效期为1个月；如果质量控制中出现问题则缩短保存时间。

6 设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪：配电子轰击电离源(EI)。
6.2 分析天平：精度为 0.1 mg。
6.3 提取器：具密闭塞，30 mL～50 mL，由硬质玻璃制成。
6.4 可控温的超声波发生器：温度(50±5)℃。
6.5 离心机：转速不低于 4000 r/min，配离心管。
6.6 刻度离心管（带螺旋盖）：约 15 mL。
6.7 氮吹仪。
6.8 尼龙有机相针筒过滤器：孔径为 0.22 μm。

注：可使用其他被证明合适的过滤头。

7 步骤

7.1 试样的制备和提取

取代表性的样品，剪成约5 mm×5 mm的碎片，混匀。用天平(6.2)称取1 g(精确至0.01 g)混匀试样，置于提取器(6.3)中，准确加入20.0 mL叔丁基甲醚(5.1)，密封后将提取器(6.3)置于(50±5)℃超声波发生器(6.4)中提取(40±2) min。待提取液冷却至室温后，将提取液转移至离心管中，以4000 r/min离心3 min，取5.0 mL上清液于刻度离心管(6.6)中，用氮吹仪(6.7)浓缩至1.0 mL，用针筒过滤器(6.8)将样液过滤至进样瓶中，供气相色谱-质谱联用仪(6.1)测定。

7.2 GC-MS 分析

7.2.1 色谱和质谱条件

由于测试条件取决于所使用的仪器，因此不能给出气相色谱-质谱分析的普遍参数，用下列参数已被证明对测试是合适的：

a）色谱柱：DB-35ms柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或相当者；
b）程序升温：40 ℃保持2 min，以15 ℃/min速率升至100 ℃，保持1 min，再以30 ℃/min速率升至300 ℃，保持3 min；
c）载气：氦气，纯度≥99.999 %，流速：1.2 mL/min；
d）进样口温度：250 ℃；
e）进样方式：分离进样，分流比10:1；
f）进样量：2 μL；
g）接口温度：280 ℃；
h）离子源：EI；
i）电离能量：70 eV；
j）测定模式：选择离子扫描(SIM)，10种目标化合物的特征离子参见附录A；
k）溶剂延迟时间：2.1 min。

7.2.2 定性确认

在相同试验条件下，样品中待测物与同时检测的标准物质具有相同的保留时间(偏差范围在±2.5%内)，且样品谱图中各组分定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液谱图中对应的定性离子的

相对丰度进行比较，若偏差不超过表1规定的范围，则可判定为样品中存在对应的待测物。按上述分析条件(7.2.1)测定，10种目标化合物的总离子流色谱图参见附录B。

表1 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度K / %	K＞50	50≥K＞20	20≥K＞10	K≤10
允许的最大偏差 / %	±20	±25	±30	±50

7.2.3 定量测定

以目标化合物的峰面积为纵坐标，以目标化合物的浓度为横坐标作标准工作曲线，按照外标法进行定量计算。标准工作溶液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内，如果含量超过标准曲线范围，应用叔丁基甲醚(5.1)稀释到适当浓度后分析。

8 空白试验

除不加试样外，按上述7.1～7.2测定步骤进行，以证明检测过程中使用的试剂和材料没有目标组分的存在。

9 结果计算和表述

9.1 结果计算

按式(1)计算目标化合物的含量：

$$X_{\mathrm{i}} = \frac{c_{\mathrm{i}} \times V \times f}{m \times 1000} \times \frac{1}{5} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X_i——试样中被测组分含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c_i——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度，单位为微克每升(μg/L)；

V——提取溶液体积，单位为毫升(mL)；

f——稀释因子；

m——试样的质量，单位为克(g)。

9.2 结果表述

实验结果以各种全氟及多氟化合物的测试结果分别表示，取两次平行测定结果的平均值，结果保留 1 位小数。

10 测定低限

本方法的测定低限为 0.2 mg/kg。

11 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的 20%。

12 试验报告

试验报告至少包括以下内容：

a) 本标准编号；
b) 试样的描述；
c) 试样中待测组分的含量，单位为mg/kg；
d) 试验结果；
e) 试验日期；
f) 与本标准的任何偏离。

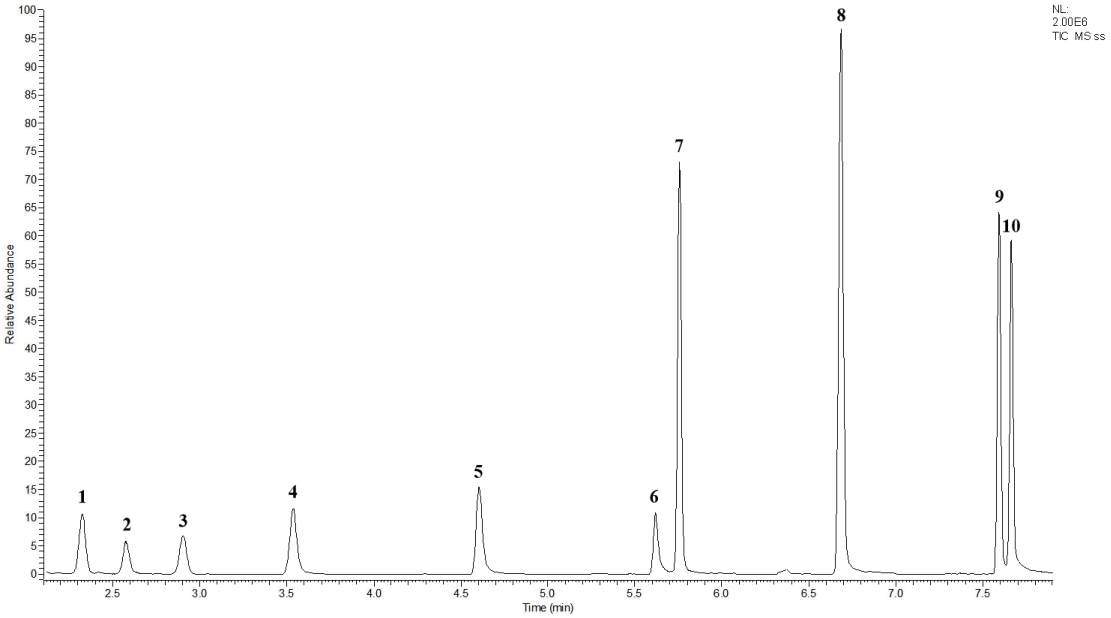
附录 A
（资料性附录）

10种全氟及多氟化合物的特征离子如表A.1所示。

表A.1 GC-MS测定目标物质特征离子表

序号	化合物	特征离子(m/z)		
		定量离子	Q1	Q2
1	全氟辛酸甲酯(Me-PFOA)	131	381	69
2	全氟丁基乙醇(4:2FTOH)	95	244	196
3	全氟辛酸乙酯(Et-PFOA)	169	369	281
4	全氟己基乙醇(6:2FTOH)	95	295	131
5	全氟辛基乙醇(8:2FTOH)	95	405	131
6	全氟癸基乙醇(10:2FTOH)	95	495	131
7	全氟己基乙基丙烯酸酯(6:2FTA)	418	99	55
8	全氟辛基乙基丙烯酸酯(8:2FTA)	518	99	55
9	2-(全氟辛基)乙基甲基丙烯酸酯(8:2FTMA)	86	532	69
10	全氟癸基乙基丙烯酸酯(10:2FTA)	55	618	99

附录　B
（资料性附录）
10种全氟及多氟化合物标准物质色谱图



图B.1　10种全氟及多氟化合物的总离子流色谱图

标引序号说明：

1 ——全氟辛酸甲酯(Me-PFOA)；

2 ——全氟丁基乙醇(4:2FTOH)；

3 ——全氟辛酸乙酯(Et-PFOA)；

4 ——全氟己基乙醇(6:2FTOH)；

5 ——全氟辛基乙醇(8:2FTOH)；

6 ——全氟癸基乙醇(10:2FTOH)；

7 ——全氟己基乙基丙烯酸酯(6:2FTA)；

8 ——全氟辛基乙基丙烯酸酯(8:2FTA)；

9 ——2-(全氟辛基)乙基甲基丙烯酸酯(8:2FTMA)；

10 ——全氟癸基乙基丙烯酸酯(10:2FTA)。