



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4391—2015

一次性卫生用品 卫生巾、卫生护垫、纸尿裤、消毒棉 环氧乙烷残留量的测量

Disposable sanitary products—
Determination of residual epoxyethane
in sanitary towel, pad, diaper, aseptic cotton

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
一次性卫生用品
卫生巾、卫生护垫、纸尿裤、消毒棉
环氧乙烷残留量的测量
SN/T 4391—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2016年8月第一版 2016年8月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 • 2-30381 定价 14.00 元

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：深圳市检验检疫科学研究院、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国山西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：顾浩飞、任聪、苑利、杨左军、龙斌、李成发。

一次性卫生用品

卫生巾、卫生护垫、纸尿裤、消毒棉

环氧乙烷残留量的测量

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了经环氧乙烷消毒处理的一次性卫生用品中环氧乙烷残留量的测定方法。

本标准适用于经环氧乙烷消毒处理的卫生巾、卫生护垫、纸尿裤、消毒棉等一次性卫生用品中环氧乙烷残留量的测定。

本标准中环氧乙烷残留量测定的检出限为 3 $\mu\text{g/g}$,定量限为 10 $\mu\text{g/g}$ 。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

将一次性卫生用品剪碎后,混匀,在顶空瓶中加入相同质量的试样,分别添加一定系列浓度的标准溶液,直接采用顶空进样器进样,经毛细管气相色谱柱分离,氢火焰离子化检测器(FID)测定,通过标准加入法定量。

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 6682,二级。

4.2 环氧乙烷标准液或气, $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$,纯度不小于 99.5%。

4.3 环氧乙烷标准工作溶液,浓度约为 2 000 $\mu\text{g/mL}$,置于冰箱中 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下密封保存,有效期为一个月,采用标准液或标准气配制方法如下:

- 使用环氧乙烷标准液配制,取约 15 mL 水于 25 mL 容量瓶中,盖上瓶塞后,准确称重,精确至 0.1 mg。将盛有环氧乙烷标准液(4.2)的试剂瓶置于冰水中,用事先冷冻处理的移液管或胶头滴管吸取约 0.2 mL 环氧乙烷标准液(4.2),移入已装水的容量瓶中,立即盖紧瓶塞,轻轻摇晃片刻后称重,精确至 0.1 mg。前后两次质量的差值即为溶液中所含环氧乙烷的量,定容后,计算溶液的浓度,单位 $\mu\text{g/mL}$,然后稀释到相应浓度。
- 使用环氧乙烷标准气,准确移取 10 mL 水于顶空瓶(5.2)中,盖紧盖子后,准确称重,精确至 0.1 mg。用 5 mL 注射器(5.4)吸取约 5 mL 环氧乙烷标准气(4.2),注入已装水的顶空瓶中,拔

出针头后,轻轻摇晃片刻,称重,精确至 0.1 mg。前后两次质量的差值即为溶液中所含环氧乙烷的量,由此可以计算溶液的浓度,单位 $\mu\text{g/mL}$,然后稀释到相应浓度。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪,配制自动顶空进样器和氢火焰离子化检测器。
- 5.2 顶空瓶,20 mL,瓶盖带硅橡胶或丁基橡胶密封垫。
- 5.3 微量移液器,量程 10 μL ~100 μL ,精度 0.1 μL 。
- 5.4 注射器,5 mL。
- 5.5 分析天平,感量 0.1 mg。

6 试样的制备

分别取至少 2 个独立包装的样品,拆开包装后立即将样品剪成不大于 5 mm×5 mm 的碎片,混匀,勿挤压,立即用于试验,过程中应注意避免污染,为了降低环氧乙烷挥发速度,制样过程应在室温低于 25 $^{\circ}\text{C}$ 条件下进行。

7 测定

7.1 测定条件

注:由于检测数据取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数,下列参数被证明对测试是合适的。

7.1.1 顶空进样条件

顶空进样条件如下:

- a) 平衡温度:60 $^{\circ}\text{C}$;
- b) 平衡时间:30 min;
- c) 进样针温度:65 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样量:1.5 mL。

7.1.2 气相色谱条件

气相色谱条件如下:

- a) 毛细管柱:DB-WAX 30 m×0.32 mm×0.25 μm 毛细管柱,或相当者;
- b) 柱温程序:起始 35 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min;以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 150 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min;以 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 200 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min;
- c) 载气:高纯氮,流速 1.0 mL/min;
- d) 进样模式:分流,分流比 20:1;
- e) 进样口温度:190 $^{\circ}\text{C}$;
- f) FID 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- g) 柱前压:275.8 kPa(40 psi)。

7.2 试样的初筛

准确平行称取 3 份 0.2 g~0.3 g 试样,精确至 0.1 mg,于顶空瓶(5.2)中,其中 1 份试样中加入 10.0 μL 环氧乙烷标准工作溶液(4.3),将 3 份试样在 7.1 所列仪器参数条件下进行检测,观察未添加环氧乙烷标

准工作溶液的 2 份试样的色谱图中在相应的保留时间是否有色谱峰,如有,应及时进行 7.3 中的操作。如无,则可判定试样中环氧乙烷的含量小于方法检出限。

7.3 试样的测定

准确平行称取 12 份 0.2 g~0.3 g 试样,精确至 0.1 mg,于顶空瓶(5.2)中,每份试样间质量相差应小于 5 mg,分成两组进行试验,每组 6 份。分别用微量移液器(5.3)准确加入 0.0 μL、10.0 μL、20.0 μL、30.0 μL、40.0 μL、50.0 μL 环氧乙烷标准工作溶液(4.3),盖紧瓶盖,此时,每份试样中分别加入的环氧乙烷的量约为 0 μg、20 μg、40 μg、60 μg、80 μg、100 μg。将试样在 7.1 所列仪器参数条件下进行检测,以环氧乙烷含量(单位为“μg”)为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性方程。标准色谱图参见附录 A。

8 结果计算

8.1 将 7.3 中所得的标准曲线延长,延长线与横坐标的交点对应的横坐标绝对值即为试样中环氧乙烷的含量 M ,按式(1)计算试样中环氧乙烷残留量:

$$X = \frac{M}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中环氧乙烷残留量,单位为微克每克(μg/g);

M ——试样中环氧乙烷的含量,单位为微克(μg);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

8.2 计算结果表示到小数点后一位数字。两组测试结果的绝对差值不得超过其算数平均值的 20%,以平均值作为测试结果。

9 质量保证和控制

9.1 由于环氧乙烷沸点很低,具有强的挥发性,因此环氧乙烷标准溶液开启和移取的过程应保证在 10℃ 以下的温度条件(将其浸泡在冰水中),在通风柜中进行,并做好个人防护。

9.2 在色谱分析时,有时会出现严重的峰展宽现象,此时减少进样量或缩短进样时间均可改善峰形。

附 录 A
(资料性附录)
环氧乙烷标准气相色谱图

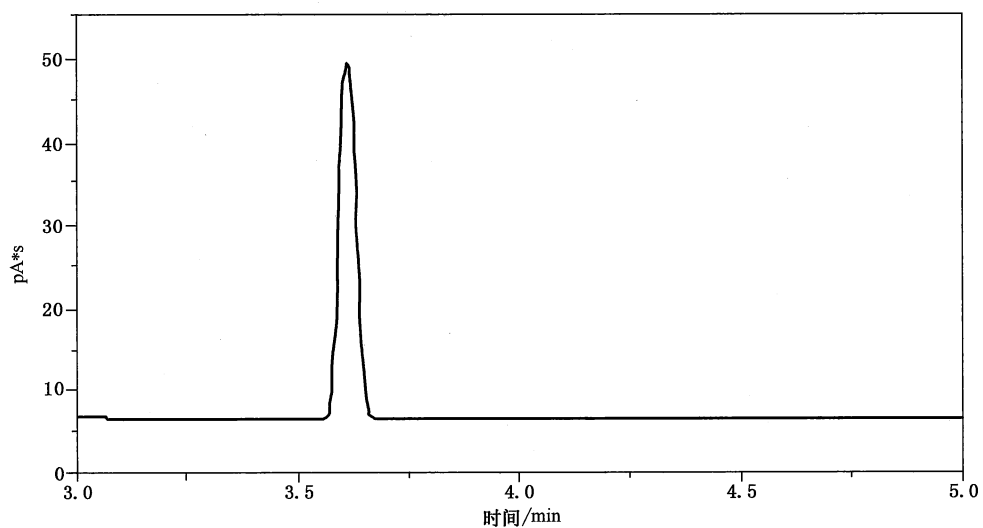
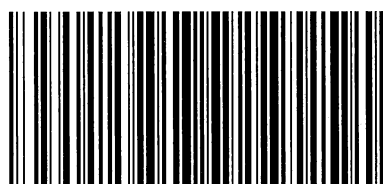


图 A.1 环氧乙烷标准气相色谱图



SN/T 4391-2015

书号:155066 • 2-30381

定价: 14.00 元