



中华人民共和国国家标准

GB/T 33285.2—2024

代替 GB/T 33285—2016

皮革和毛皮 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的 测定 第2部分:间接法

Leather and fur—Determination of alkylphenols and ethoxylated alkylphenols—
Part 2: Indirect method

(ISO 18218-2:2019, Leather—Determination of ethoxylated alkylphenols—
Part 2: Indirect method, MOD)

2024-03-15 发布

2024-10-01 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。

本文件是 GB/T 33285《皮革和毛皮 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的测定》的第 2 部分。GB/T 33285 已经发布了以下部分：

——第 2 部分：间接法。

本文件代替 GB/T 33285—2016《皮革和毛皮 化学试验 壬基酚及壬基酚聚氧乙烯醚含量的测定》，与 GB/T 33285—2016 相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了标准可测定的烷基酚聚氧乙烯醚的种类，扩大了标准的适用范围(见第 1 章，2016 年版的第 1 章)；
- 细化了原理(见第 4 章，2016 年版的第 3 章)；
- 增加了烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚标准品的种类(见表 1)；
- 更改了烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚溶液的质量浓度(见 5.11~5.14，2016 年版的 4.10、4.11)；
- 增加了内标溶液(见 5.15、5.16)；
- 删除了“油浴锅”“移液管”“平底烧瓶”和“玻璃纤维过滤器”等仪器设备(见 2016 年版的第 5 章)；
- 增加了“快速定量滤纸”和“高效液相色谱仪”等材料 and 仪器设备(见第 5 章、第 6 章)；
- 更改“具塞锥形瓶，100 mL”为“萃取瓶，可密封”(见 6.8，2016 年版的 5.2)；
- 更改了萃取过程中硫酸钠的加入量，增加了对超声波发生器的温度控制要求及 GC-MS 分析时内标溶液的加入(见 8.1，2016 年版的 7.1)；
- 增加了对皮革或毛皮加工助剂样液的制备过程(见 8.2)；
- 更改了空白试验(见 8.3，2016 年版的 7.7)；
- 增加了高效液相色谱分析方法(见 8.4.1.1)；
- 更改了烷基酚测定时正己烷的加入量，明确了硫酸钠的使用量，增加了对两相分离效果不好时的处理说明(见 8.4.1.2，2016 年版的 7.2)；
- 更改了碘化铝的用量和回流时间(见 8.4.2.2，2016 年版的 7.3)；
- 细化了标准工作曲线的绘制(见 8.6，2016 年版的 7.6)；
- 更改了计算公式，增加了内标法的计算公式(见 9.2~9.3，2016 年版的 7.8)；
- 更改“检测限”为“定量限”，并更改了回收率要求(见 10.1 和 10.3，2016 年版的 7.9 和第 8 章)；
- 更改了试验报告的内容(见第 11 章，2016 年版的第 9 章)。

本文件修改采用 ISO 18218-2:2019《皮革 烷基酚聚氧乙烯醚的测定 第 2 部分：间接法》。

本文件与 ISO 18218-2:2019 相比，在结构上有较多调整。两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 18218-2:2019 相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线(|)进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

本文件做了下列编辑性改动：

- 更改了标准名称；
- 增加了部分化学物质的化学式；
- 将 NPEO₉ 和 OPEO₁₀ 统一更改为 NPEO 和 OPEO；

GB/T 33285.2—2024

- 删除了正己烷的注；
- 增加了部分内容的章条编号；
- 更改了 HPLC 中检测器的说明,增加了 DAD 检测器的定性波长；
- 增加了对 GC 及 MS 参数的说明；
- 删除了 GC 色谱柱的举例。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国皮革工业标准化技术委员会(SAC/TC 252)归口。

本文件起草单位:浙江方圆皮革轻纺检测认证有限公司、陕西科技大学、江苏中纺联检验技术服务有限公司、中轻检验认证有限公司、中国皮革制鞋研究院有限公司。

本文件主要起草人:黄新霞、强涛涛、王楷艳、桑军、李刚、夏东琴、惠永久、李红霞、洪新球。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为:

- GB/T 33285—2016。

引 言

烷基酚聚氧乙烯醚(APEO)主要是指壬基酚聚氧乙烯醚(NPEO)和辛基酚聚氧乙烯醚(OPEO),具有良好的润湿、渗透、乳化、分散、增溶和洗涤作用,在皮革行业应用广泛。烷基酚(AP)是 APEO 在厌氧条件下的重要降解产物,具有比母体更强的毒性和内分泌干扰能力,于 1996 年被欧盟列为“内分泌干扰物”。欧盟颁布的 2003/53/EC 指令对 APEO 的使用、流通和排放均做出了明确限制,其他国外相关法律法规也对其使用做出了明确的限量要求。随着皮革、毛皮行业的不断发展,人们对其产品中可能含有的烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚越来越关注,皮革、毛皮中烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚含量的测定也逐渐成为产品质量控制的重点。GB/T 33285 旨在为皮革和毛皮中烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的测定提供依据,拟由两个部分构成。

——第 1 部分:直接法。目的在于确立直接测定皮革和毛皮中 AP 及 APEO 的试验方法。

——第 2 部分:间接法。目的在于确立先将 APEO 裂解为 AP,再通过检测 AP 含量而测定 APEO 的试验方法。

目前我国皮革和毛皮中 AP 和 APEO 的测定主要采用间接法,即先将 APEO 裂解为 AP,通过检测 AP 含量而测定 APEO 的含量,仅涉及皮革和毛皮中壬基酚(NP)和壬基酚聚氧乙烯醚(NPEO)的测定,并不涉及辛基酚(OP)及辛基酚聚氧乙烯醚(OPEO)的测定,并且在萃取方法、分析方法及结果计算等方面均与现行国际标准 ISO 18218-2:2019 存在较大技术差异。鉴于此,确有必要对其进行修改完善,以不断适应国内外产品的新变化及产品测试的新需求,提高与国际标准的一致性程度,确保标准与行业发展相协调。

皮革和毛皮 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的 测定 第2部分：间接法

1 范围

本文件描述了高效液相色谱法(HPLC)、气相色谱-质谱法(GC-MS)测定皮革、毛皮中烷基酚(壬基酚和辛基酚)和烷基酚聚氧乙烯醚(壬基酚聚氧乙烯醚和辛基酚聚氧乙烯醚)的试验方法。

本文件适用于皮革、毛皮及其制品中烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的测定。

本文件亦适用于皮革、毛皮加工助剂中烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的测定。

注：本文件规定的方法(间接法)与直接法所用的萃取溶剂不同，故两种方法的测试结果可能具有类似的趋势，但非绝对相同。

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

GB/T 39364 皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位(GB/T 39364—2020,ISO 2418:2017,MOD)

QB/T 1267 毛皮 化学、物理和机械、色牢度试验 取样部位(QB/T 1267—2012,ISO 2418:2002,MOD)

QB/T 1272 毛皮 化学试验样品的准备(QB/T 1272—2012,ISO 4044:2008,MOD)

QB/T 2716 皮革 化学试验样品的准备(QB/T 2716—2018,ISO 4044:2008,MOD)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将皮革或毛皮试样在超声波发生器中用乙腈萃取，萃取液中的壬基酚(NP)和/或辛基酚(OP)通过HPLC或GC-MS进行定量测定。

将皮革或毛皮加工助剂在乙腈中溶解，溶液中的NP和/或OP通过HPLC或GC-MS进行定量测定。

试样萃取液或加工助剂样液中的壬基酚聚氧乙烯醚(NPEO)和辛基酚聚氧乙烯醚(OPEO)，先用碘化铝作为裂解剂将其转化为NP和OP，然后再通过HPLC或GC-MS进行定量测定，最后计算得到试样中的NPEO和OPEO的含量。

5 试剂和材料

5.1 除特殊规定外，所用试剂均为分析纯。试验用水至少应符合GB/T 6682中三级水的规定。