

团 体 标 准

T/CCASC XXXX—202X

工业氯化石蜡

Industrial chlorinated paraffin

（征求意见稿）

202X—XX—XX 发布

202X—XX—XX 实施

中国氯碱工业协会 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。

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。

本文件由中国氯碱工业协会标准化工作委员会提出并归口。

本文件主要起草单位：。

本文件参与起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件由中国氯碱工业协会负责管理和解释。

工业氯化石蜡

1 范围

本文件规定了工业氯化石蜡的产品分类、技术要求、采样、试验方法、检验分类及判定规则、标志、包装、运输、贮存等内容。

本文件适用于重质液体/固体石蜡经氯化、精制后得到的，含氯量为 40%~44%、50%~54%的工业级中链氯化石蜡，含氯量为 68%~72%的工业级长链氯化石蜡，以及含氯量为 40%~44%、50%~54%的工业级中长链氯化石蜡。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1660 增塑剂运动黏度的测定
- GB/T 1668 增塑剂酸值及酸度的测定
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位:铂-钴色号）
- GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分：金属丝编织网试验筛
- GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7139 塑料 氯乙烯均聚物和共聚物 氯含量的测定
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 11409 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法
- HG/T 3017 氯化石蜡氯含量的测定 汞量法
- HG/T 5841 氯化石蜡热分解温度测定方法

3 产品分类

产品按所用原料石蜡碳数分布分为两个牌号：中链氯化石蜡（原料石蜡主要成分碳链为 $C_{14}\sim C_{17}$ ）、长链氯化石蜡（原料石蜡主要成分碳链为 C_{18} 及以上）和中长链氯化石蜡（原料石蜡主

要成分碳链为 $C_{14}\sim C_{18}$ 及以上，以碳链为 $C_{14}\sim C_{17}$ 成份为主）。

4 技术要求

4.1 外观：中链氯化石蜡、中长链氯化石蜡为水白色或黄色粘稠液体，长链氯化石蜡为白色或淡黄色粉末。

4.2 工业氯化石蜡产品按第 6 章规定的试验方法检测，检测结果应符合表 1 的规定。

表 1 工业氯化石蜡的技术要求

项 目	技术指标						
	中链氯化石蜡				长链氯化石蜡		
	氯化石蜡-42		氯化石蜡-52		氯化石蜡-70		
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	
色泽（铂钴）/号	≤	80	100	100	300	—	
密度（50℃）/g/cm ³		1.13~1.15	1.12~1.16	1.24~1.27	1.22~1.28	—	
氯含量/wt%		41~43	40~44	51~53	50~54	≥70	≥68
粘度（50℃）/mPa·s		25~45	20~50	150~300	100~400	—	
折光率 _{D²⁰}		1.500~1.508	—	1.51~1.513	—	—	
加热减量/wt%	≤	3.0	—	0.3	0.8	0.8	1.0
热分解温度/℃	≥	160	150	160	150	180	160
酸值（以KOH计）/mg/g	≤	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.20
短链氯化石蜡（SCCPs） （C ₁₀ ~C ₁₃ ）/wt%	<	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
软化点/℃	≥	—				100	95
筛余物/wt%	≤	—				0.02	—
注：中链氯化石蜡除本表外的其他牌号产品、中长链氯化石蜡产品的技术要求除短链氯化石蜡（SCCPs）（C ₁₀ ~C ₁₃ ）控制小于1.0wt%，其余指标由生产企业与客户协商确定。							

5 采样

5.1 按批检验。中链氯化石蜡、中长链氯化石蜡以每一成品槽的氯化石蜡为一批，长链氯化石蜡以每包装一次均匀产品为一批。用户以每次收到的氯化石蜡为一批。

5.2 中链氯化石蜡、中长链氯化石蜡用槽车、贮槽装运时，应采用 GB/T 6680 中规定的适宜的取样器，从深度不同的上、中、下三处采取等量的有代表性的样品；中链氯化石蜡、中长链氯化石蜡

用镀锌或过塑铁桶包装时，应按 GB/T 6678 中规定的采样单元数随机抽取样品。长链氯化石蜡每批取样袋数不少于总袋数的 5%，最低不得少于三袋，将取样器从袋口垂直插入，取出代表性样品，每袋取样不得少于 0.5 kg。

5.3 将抽取的样品混匀，分装于两个清洁、干燥的带磨口塞的棕色玻璃瓶中，密封。中链氯化石蜡、中长链氯化石蜡每瓶样品量不得少于 500 mL，长链氯化石蜡每瓶样品量不得少于 0.5 kg。一瓶用于检验，一瓶避光保存用于备检。样品瓶上应贴上标签，并注明：生产企业名称、产品名称、批号和生产日期、采样量、采样日期及取样人姓名等。

6 试验方法

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。

6.1 一般规定

除非另有说明，试验中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

6.2 外观

在自然光下，目视观察。

6.3 色泽的测定

按 GB/T 3143 规定进行测定。

6.4 密度的测定

6.4.1 密度仪法

6.4.1.1 仪器设备

振动管密度仪，控温范围 10 °C~100 °C，精度大于 0.001 g/cm³。

6.4.1.2 分析步骤

按仪器说明书使用。

6.4.2 密度计法(仲裁法)

6.4.2.1 仪器设备

6.4.2.1.1 密度计：分度值为 0.002 g/cm³。

6.4.2.1.2 恒温水浴：温度控制在 50 °C±0.2 °C。

6.4.2.1.3 玻璃量筒：250 mL~500 mL。

6.4.2.1.4 温度计：分度值为 0.2 °C。

6.4.2.2 分析步骤

将试样注入清洁、干燥的玻璃量筒（6.4.2.1.3）内，然后将量筒放入 50℃ 的恒温水浴（6.4.2.1.2）中，玻璃量筒中试样完全浸入。用温度计（6.4.2.1.4）测量试样的温度达到 50℃±0.2℃ 恒定后，将密度计（6.4.2.1.1）缓缓放入被测试样中，其下端离量筒的距离不小于 2 cm，并且不能与量筒壁接触，露出液面外的部分所沾的液体不得超过 3 个分度。待密度计底部和壁上无气泡且温度恒定后，读出密度计弯月面下缘的刻度值（标有读弯月面上缘刻度的密度计除外），该刻度值即为被测试样在 50℃ 时的密度。

6.5 氯含量的测定

6.5.1 汞量法

按 HG/T 3017 规定进行测定，每一试样在相同条件下连续测定两次，两次平行测定结果的差值不大于 0.5%，取其算术平均值作为报告结果。

6.5.2 电位滴定法（仲裁法）

按 GB/T 7139 规定进行测定，每一试样在相同条件下连续测定两次，两次平行测定结果的差值不大于 0.5%，取其算术平均值作为报告结果。

6.6 粘度的测定

6.6.1 仪器法

6.6.1.1 仪器设备

粘度仪，控温范围 10℃~100℃，测量范围 10 mPa·s~1000 mPa·s，精度大于 0.5%。

6.6.1.2 分析步骤

按仪器说明书使用，试验环境要求：5℃~35℃（宜控制在 20℃±2℃），动力黏度用 mPa·s 表示。

6.6.2 品氏粘度计法（仲裁法）

按 GB/T 1660 规定进行测定。

在温度 50℃ 时，试样的动力粘度 η_t (mPa·s) 按公式 (1) 计算：

$$\eta_t = V_t \cdot \rho_t \cdots \cdots (1)$$

式中：

V_t ——在温度 50℃ 时，试样的运动粘度，单位为平方毫米每秒 (mm²/s)；

ρ_t ——在温度 50℃ 时，试样的密度，单位为克每立方厘米 (g/cm³)。

6.7 折光率的测定

按 GB/T 6488 规定进行测定。

6.8 加热减量的测定

6.8.1 A 法（用于中链氯化石蜡、中长链氯化石蜡）

6.8.1.1 仪器设备

6.8.1.1.1 电热鼓风干燥箱，精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.8.1.1.2 称量瓶：直径 40 mm，高 25 mm。

6.8.1.1.3 干燥器：内装变色硅胶。

6.8.1.2 分析步骤

用已恒重的两个带盖称量瓶（6.8.1.1.2）分别称取约 6.5000 g（精确至 0.0001 g）试样，开启电热鼓风干燥箱（6.8.1.1.1）鼓风并升温至 130 $^{\circ}\text{C}$ ，把样品置于 130 $^{\circ}\text{C}$ 的电热鼓风干燥箱内上层，使称量瓶与电热鼓风干燥箱温度计的纵向距离不大于 100 mm，并对称分布于温度计两侧 100 mm 内，将称量瓶瓶盖留一小缝隙。恒温 2 h 后，将称量瓶移入干燥器（6.8.1.1.3）内，冷却至室温，称重。

6.8.1.3 结果计算

加热减量以质量百分数 X 计，按公式（2）计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——加热前称量瓶与试样的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——加热后称量瓶与试样的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

6.8.1.4 允许差

每一试样在相同条件下连续测定两次，两次平行测定结果的差值不大于 0.05%，取其算术平均值作为报告结果。

6.8.2 B 法（用于长链氯化石蜡）

按 GB/T 11409 中“加热减量的测定”规定执行，其中测定中调节电热鼓风干燥箱（6.8.1.1.1）温度为 105 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.9 热分解温度的测定

按 HG/T 5841 规定进行测定。

6.10 酸值的测定

按 GB/T 1668 规定进行测定，其中指示剂采用溴甲酚紫。

6.11 短链氯化石蜡的测定

6.11.1 GC-ECNI/MS 法（仲裁法）

见附录 A。

6.11.2 催化-气相色谱法

见附录 B。

6.12 软化点的测定

按 GB/T 11409 中“软化点的测定”规定进行测定。

6.13 筛余物的测定

按 GB/T 11409 中“筛余物的测定-干法”规定进行测定，试验筛应符合 GB/T 6003.1，孔径 0.9 mm（20 目）。

7 检验分类及判定规则

7.1 检验分类

7.1.1 检验分为型式检验和出厂检验。

7.1.2 型式检验项目为第 4 章规定的所有指标项目，除有下列情况之一时应进行型式检验外，正常情况下短链氯化石蜡（SCCPs）每 3 个月检测一次，其余项目每 6 个月应进行一次型式检验：

- a) 停产后复产；
- b) 生产工艺有较大改变（如材料，工艺条件等）；
- c) 合同规定等。

7.1.3 出厂检验项目应为第 4 章规定的外观、色泽、密度、氯含量、粘度、折光率、热分解温度、加热减量、酸值、软化点、筛余物。

7.2 判定规则

7.2.1 检验结果的判定按 GB/T 8170 中“修约值比较法”进行。

7.2.2 检验结果符合本文件表 1 规定的要求时，则判该批产品为合格。如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新加倍在包装单元中采取有代表性的样品进行复检，复检结果中即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

8 标志、标签和随行文件

8.1 标志和标签

本产品外包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括：产品名称、执行标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期或批号、净重量等。并按 GB/T 191 的规定标明“怕晒”、“怕雨”等标志。

8.2 随行文件

出厂的氯化石蜡应由生产企业的质量检验部门进行检验，应保证所有出厂的氯化石蜡符合本标准的要求。每批出厂的氯化石蜡应附有质量证明书，内容包括：生产企业名称、产品名称、型号、

批号或生产日期、执行标准号。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

9.1.1 液体氯化石蜡桶装应用干燥、清洁、无锈的镀锌或过塑铁桶，桶盖垫圈用耐磨塑料制成。槽车包装应采用干燥、清洁、无锈的镀锌铁罐槽或不锈钢罐槽，罐装口应设有防水装置。

9.1.2 固体氯化石蜡应使用内衬塑料薄膜的聚丙烯编织袋或复合纸袋包装，袋口采用合适的密封方式密封。

9.2 运输

本产品可采用一般运输工具运输，运输时要避免日晒、雨淋，在搬运时轻装、轻卸，有防雨雪和曝晒措施。

9.3 贮存

氯化石蜡应贮存于通风良好、阴凉干燥的库房内或棚内，不应靠近热源、火源，防止日晒、雨淋。

附录 A

(规范性)

短链氯化石蜡含量(SCCP_s)的测定 方法 A

A.1 原理

样品在规定条件下,用正己烷超声混匀后进行净化处理,采用气相色谱-电子捕获负化学电离源质谱仪(GC-ECNI/MS)进行测定,计算方法采用内标法。

A.2 试剂和材料

A.2.1 正己烷 [110-54-3]: 色谱纯。

A.2.2 硫酸 [7664-93-9]: 98%。

A.2.3 内标标准物质: γ -六六六 [58-89-9]。

注: 也可使用其他合适的内标物。

A.2.4 短链氯化石蜡(SCCP_s)标准物质: 氯含量分别为55.5%和63%, 质量浓度均为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 溶剂为正己烷。

A.2.5 短链氯化石蜡(SCCP_s)标准溶液: 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 氯含量为59%。分别取533 μL 含氯55.5%的SCCP_s(C₁₀~C₁₃)标准溶液和467 μL 含氯63%的SCCP_s(C₁₀~C₁₃)标准溶液移入2 mL容量瓶中, 加入20 μL 内标标准物质储备溶液(A.2.6), 用正己烷稀释至刻度, 摇匀。配制后的SCCP_s标准溶液有效期为3个月。

A.2.6 内标标准物质溶液: 准确称取适量的内标标准物质(A.2.3)于容量瓶中, 用正己烷稀释得到质量浓度为1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的内标标准物质储备溶液。配制后的内标标准物质储备溶液有效期为3个月。

A.2.7 甲烷气: 纯度(体积分数) $\geq 99.999\%$ 。

A.2.8 氦气: 纯度(体积分数) $\geq 99.999\%$ 。

A.3 仪器设备

A.3.1 移液管: 量程为1 mL~10 mL。

A.3.2 容量瓶: 2 mL。

A.3.3 双刻度具塞磨砂比色管: 20 mL。

A.3.4 电子天平: 分度值0.0001 g。

A.3.5 超声波浴: 温控精度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 超声频率为40 kHz。

A.3.6 水平振荡器: 振荡频率为200 r/min。

A.3.7 气相色谱-质谱联用仪: 配电子捕获负化学电离源。

A.4 采样和样品制备

A.4.1 采样

按GB/T 6680的规定进行采样。

A.4.2 样品制备

A.4.2.1 稀释

准确称取0.5000 g样品（精确至0.0001 g），试样于双刻度具塞磨砂比色管（A.3.3）中，加入9.9 mL正己烷（A.2.1）和100 μ L内标标准物质储备溶液（A.2.6），混匀，置于超声波浴（A.3.5）中，60 $^{\circ}$ C超声萃取（30 $\pm$ 1）min，冷却至（20~27） $^{\circ}$ C。

A.4.2.2 净化

移取5 mL萃取溶液至双刻度具塞磨砂比色管（A.3.3）中，加入1 mL硫酸（A.2.2），放入水平振荡器（A.3.6）摇动10 min进行净化处理，静置2 min后移取上层清液1 mL，按照A.5进行测定。

A.5 测定

A.5.1 仪器条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出气相色谱-质谱仪的通用参数。设定的参数应保证被测组分与其他组分能得到有效的分离，以下给出的参数已被证明是可行的：

a) 色谱柱：30 m $\times$ 0.25 mm（内径） $\times$ 0.25 μ m（膜厚），固定相为5%苯基，95%二甲基聚硅氧烷的石英毛细管柱或相当者；

b) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；

c) 色谱柱温度程序：120 $^{\circ}$ C保持1 min，然后以12 $^{\circ}$ C/min程序升温至300 $^{\circ}$ C，保持5 min；

d) 传输线温度：280 $^{\circ}$ C；

e) 载气：氦气（A.2.8）；

f) 载气流速：1.2 mL/min；

g) 进样量：1 μ L；

h) 进样方式：不分流进样；

i) 离子源温度：160 $^{\circ}$ C；

注：设置离子源温度时需先了解其温度对碎片离子形成的影响，以确定其最佳离子源温度。

j) 反应气：甲烷气；

k) 反应气流速：1.5 mL/min；

l) 电离方式：负化学电离源（ECNI）；

m) 扫描模式：选择离子扫描模式，定性和定量离子见表1；

n) 溶剂延迟：4.0 min。

表 A.1 定性和定量的 m/z 信号值

序号	物质	m/z
1	γ -六六六	325/327
		255/253
		255/257
2	SCCPs (C10~C13)	347/349
		361/363
		375/377
		389/391

A.5.2 定性及定量分析

A.5.2.1 定性分析

按上述分析条件对标准工作溶液和试样萃取溶液进行等体积穿插进样分析,通过比较标准溶液和试样溶液特征离子的色谱峰及其保留时间进行定性分析。

A.5.2.2 定量分析

对标准工作溶液和试样萃取溶液进行等体积穿插进样分析,对短链氯化石蜡的整个流出峰进行积分,得到峰面积组合,根据组合峰面积与质量浓度的关系建立校正曲线,利用内标法进行定量计算。混合标准工作溶液和试样萃取溶液中短链氯化石蜡和内标物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

为了检查分析系统的线性,在每10个试样之后或序列末尾分析已知质量浓度的标准溶液作为参考标准。参考标准的测试结果偏差应在±20%以内,否则在重新进行分析之前,应检查分析系统。由于标准曲线的浓度对定量结果影响较大,应对样品中的目标分析物浓度进行预判,需要的时候将样品溶液稀释至与标准曲线浓度相近的浓度范围进行定量。

A.6 结果计算

按照A.1计算试样中SCCPs的含量:

$$\omega_I = \frac{A_I \cdot \rho_S \cdot V}{A_S \cdot m} \cdot \frac{A_{IS}}{A_I} \cdot \frac{\rho_I}{\rho_{IS}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ω_I ——试样中SCCPs的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_I ——试样中SCCPs的峰面积;

A_S ——标准工作溶液中SCCPs的峰面积;

ρ_S ——标准工作溶液中SCCPs的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样的进样体积,单位为微升(μL);

m ——试样的进样质量,单位为克(g);

A_{IS} ——标准工作溶液中内标物的峰面积;

A_I ——试样中内标物的峰面积;

ρ_I ——试样中内标物的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_{IS} ——标准工作溶液中内标物的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL)。

计算结果以两次平行测定结果值的算术平均值表示,按GB/T 8170—2008中4.3.3修约值比较法进行修约,表示到小数点后一位。低于定量限时,试验结果为“未检出”。

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按照相同的测试方法,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20%。

A.7 定量限

本方法短链氯化石蜡的定量限为100 mg/kg。

附录 B

(规范性)

短链氯化石蜡含量(SCCPs)的测定 方法 B

B.1 原理

样品在规定条件下,用催化剂催化脱氯加氢,还原成相应的烷烃,采用气相色谱法,使汽化的烷烃在色谱柱中按照沸点高低进行分离,用氢火焰离子化检测器检测,计算方法采用面积归一化法。

B.2 试剂和材料

B.2.1 1,2—二氯乙烷 [107-06-2] 或 2,2,4—三甲基戊烷 [540-84-1]: 色谱纯。

B.2.2 无水碳酸钠 [497-19-8]: 分析纯。

B.2.3 标准溶液SCCP_s (C₁₀~C₁₃): 正癸烷、十一烷、正十二烷、正十三烷相同比例进行混合。标准溶液一般低温避光保存。

B.2.4 氢气: 纯度(体积分数)≥99.999%。

B.2.5 氮气: 纯度(体积分数)≥99.999%。

B.2.6 石英棉。

B.2.7 催化剂: 双烯烃选择加氢催化剂, 钨含量不小于0.1%。

B.3 仪器设备

B.3.1 气相色谱仪。

B.3.2 检测器: 氢火焰离子化检测器(FID), 具有手动气源流量控制器。

B.3.3 色谱柱: 弱极性毛细管色谱柱, 柱长30 m, 内径0.32 mm, 膜厚0.25 μm。固相为5%苯基—95%甲基聚硅氧烷, 或能达到同等分离相关的其他毛细管。

B.3.4 记录仪: 气相色谱工作站。

B.3.5 微量进样器: 10 μL。

B.3.6 电子天平: 分度值0.0001 g。

B.3.7 标准试验筛: 孔径为250 μm或212 μm。

B.4 采样和样品制备

B.4.1 采样

按GB/T 6680的规定进行采样。

B.4.2 样品制备

称取试样(0.400~0.500) g, 精确至0.0001 g。放入1.5 mL的进样瓶, 加入1,2—二氯乙烷或2,2,4—三甲基戊烷至1.5 mL, 摇匀后, 密封待测。

B.5 测定

B.5.1 仪器条件

B.5.1.1 还原催化剂的填装

称取60目的催化剂和无水碳酸钠装填到气相色谱仪进样口衬管中, 进样50次后更换。装填方式如图A.1所示, 催化剂每层高度约为0.5 cm。无水碳酸钠每层高度约为0.25 cm。石英棉每层高度约0.5 cm。装填后在300 °C通氢气至少1 h活化催化剂并去除可能的干扰物质。

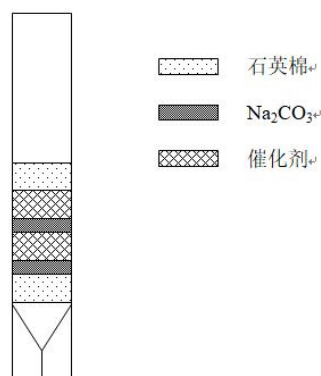


图 A. 1 气相色谱进样口衬管中催化剂装填方法示意图

B. 5. 1. 2 色谱分析参考条件

a) 色谱柱：弱极性毛细管色谱柱，柱长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm ，最高设置温度 325 $^{\circ}\text{C}$ 。固相为 5% 苯基—95% 甲基聚硅氧烷。

b) 色谱柱升温程序：50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 0.5 min，10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 300 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min。

c) 进样口：温度 290 $^{\circ}\text{C}$ 。

d) 进样量：0.2 μL 。

e) 分流比：150: 1（分流比及方式可根据色谱仪条件调整）。

f) 检测器：为氢火焰离子化检测器（FID）。

g) 检测器温度：320 $^{\circ}\text{C}$ 。

h) 载气：氢气。

i) 尾吹气：氮气。

j) 载气：高纯氢气。

k) 氢气 40 mL/min, 空气 400 mL/min，氮气 30 mL/min。（氢气、空气、氮气流量大小可根据仪器条件进行调整。）

B. 5. 2 正构烷烃定性

按照 B.5.1.2 规定设置色谱的操作条件，测定 B.2.3 标准溶液 SCCPs ($\text{C}_{10}\sim\text{C}_{13}$) 每个正构烷烃的保留时间，如图 B.2 所示。取 0.2 μL 试样注入气相色谱仪，采用谷-谷积分形式对检测峰进行积分，如图 B.3 所示，得到色谱图中每个正构烷烃色谱峰的面积 A_i 。采用基线维持积分形式对检测峰进行积分，如图 B.4 所示，得到所有色谱峰的总面积 A 。

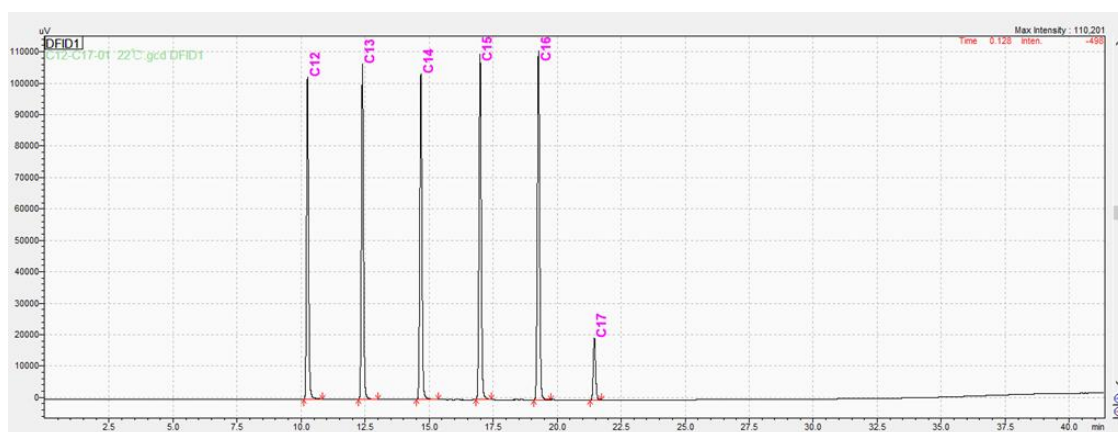


图 A. 2 标准样品 C10-C13 图谱

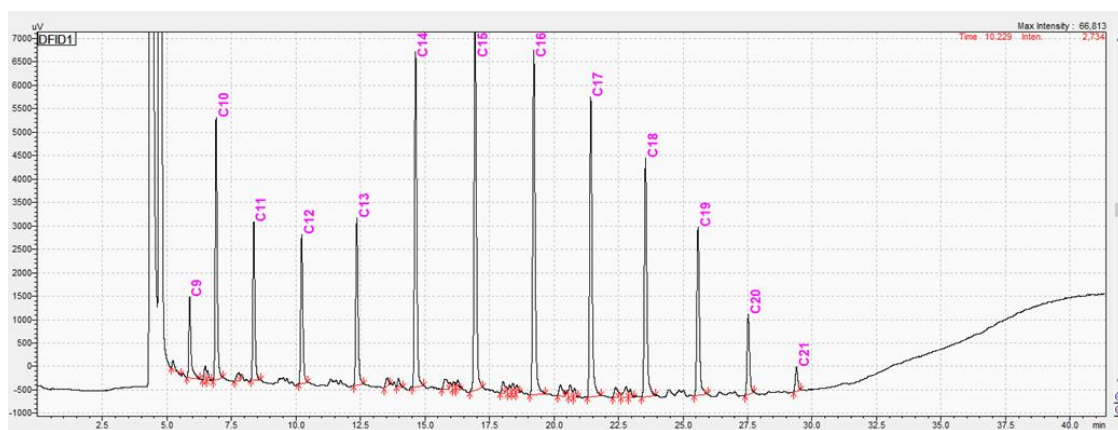


图 A. 3 谷谷积分形式

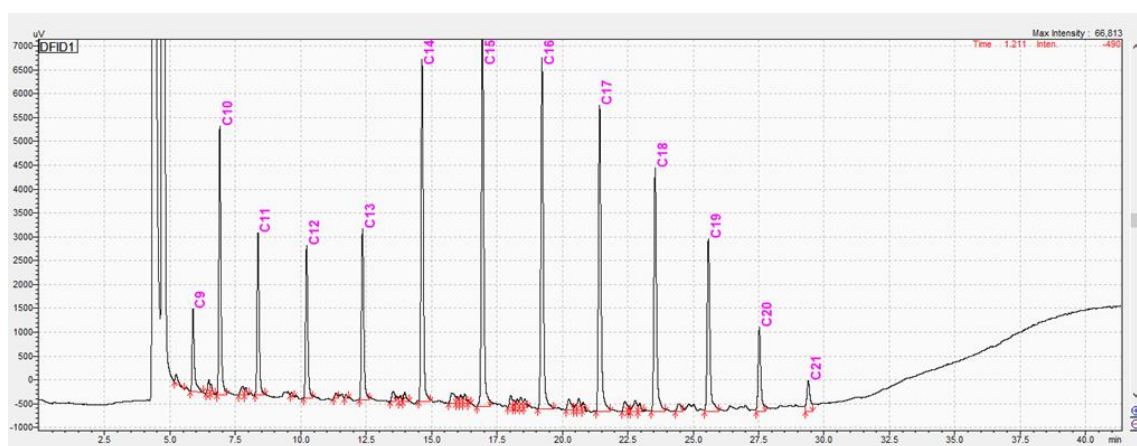


图 A. 4 基线维持积分形式

B. 6 结果计算

按照B.1计算试样中SCCPs的含量:

$$\omega_2 = A_i' / A_2$$

$$\omega_2 = A_i' / A_2 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ω_2 ——碳数为 $10 \leq i \leq 13$ 的所有正构烷烃的总质量分数，%（质量分数）；

A_i' ——碳数为 $10 \leq i \leq 13$ 的所有正构烷烃的总面积；

A_2 ——所有色谱峰总面积。

计算结果以两次平行测定结果值的平均值表示。

B.7 定量限

报告中试样的短链氯化石蜡含量以正构烷烃质量分数计，精确到0.01%。
