

經濟部標準檢驗局 書函

機關地址：10051臺北市中正區濟南路1段4號
聯絡人：連國智
聯絡電話：02-23434550-550
電子郵件：dillon.lian@bsmi.gov.tw
傳 真：02-33435162

10343

台北市大同區甘谷街35號13f

受文者：台灣區織布工業同業公會

發文日期：中華民國111年6月29日

發文字號：經標一字第11110010910號

速別：普通件

密等及解密條件或保密期限：

附件：如文(附件請至本機關附件下載區以發文字號及發文日期下載。網址<https://docdl.bsmi.gov.tw/DL>) 識別碼：TWXJBUE

主旨：請就本局編擬之 CNS(草-修1110240)「紡織品—表面活性劑測定—烷基酚聚氧乙烯醚」2種國家標準草案惠提意見，如無意見亦請在空白意見書上註明無意見，不必具文請於111年10月05日前惠復(或電子郵件寄dillon.lian@bsmi.gov.tw)本局第一組第三科連國智。

說明：

- 一、配合政府節能減碳、無紙化政策，上開草案暨空白意見書各1份，請至本機關附件下載區(網址：<http://210.69.140.26/DL/DL1/DLI100.aspx>)以發文字號及發文日期下載。
- 二、惠請公(協)會轉知相關廠商。
- 三、另如欲參與ISO、IEC等國際標準組織之技術委員會會議，請洽標準檢驗局第一組李先生，電話(02)3343-5165，email: sc.lee@bsmi.gov.tw

正本：何委員達仁、李委員若華、林委員尚明、唐委員靜雯、許委員文賢、郭委員韻琴、陳委員思樺、彭委員春麟、葉委員乙昌、廖委員白蓉、廖委員盛焜、賴委員秋君、龔委員振裕、經濟部工業局、財團法人工業技術研究院材料與化工研



裝

究所纖維暨紡織化學品技術組、台灣針織工業同業公會、台灣區人造纖維製造工業同業公會、台灣區毛衣編織工業同業公會、台灣區毛紡織工業同業公會、台灣區紡紗工業同業公會、台灣區絲織工業同業公會、台灣區製衣工業同業公會、台灣區織布工業同業公會、財團法人中華民國消費者文教基金會、財團法人中華民國紡織業拓展會、財團法人紡織產業綜合研究所、力與美實業股份有限公司、力麗企業股份有限公司、三洋紡織纖維股份有限公司、台灣埃萬特股份有限公司、台灣檢驗科技股份有限公司、全國公證股份有限公司、旭寬企業股份有限公司、吳紡股份有限公司、香港商立德國際商品試驗有限公司、遠東新世紀股份有限公司、德春股份有限公司、儒鴻企業股份有限公司、經濟部標準檢驗局第二組、經濟部標準檢驗局第六組

副本：

經濟部標準檢驗局

訂

線

--徵求意見說明 --

一、 下表所列 CNS(草-修 1110240)「紡織品－表面活性劑測定－烷基酚聚氧乙烯醚」等 2 種國家標準制修訂草案，說明如下：

| 標準編號及名稱 | 建議單位 | 目的及理由 | 編修說明 |
|---------------------------------------------|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| CNS(草-修 1110240)「紡織品－表面活性劑測定－烷基酚聚氧乙烯醚」 | 全國公證股份有限公司 | 目前 CNS 15290「紡織品安全規範(一般要求)」係規定紡織品的 NPEO 及 NP 總含量不得超過 1000 mg/kg，並引用 CN 15579 試驗，但現行 CN 15579 及國際標準 ISO 18254-1 與 ISO 18218-1 只涵蓋 NPEO 測試，如需測試 NP 時，各實驗室需自行設定分析參數並進行方法確效。而 GB/T 23322：2018 已涵蓋 NP 及 NPEO，建議 CNS 15579 參照 GB/T 23322：2018 修訂。 | 參考 GB-T 23322:2018「紡織品－表面活性劑測定－烷基酚聚氧乙烯醚」編擬。 |
| CNS(草-制 1110239)「織物熱逸散試驗法－改良式瞬態平面熱源法(MTPS)」 | 紡織產業綜合研究所 | 市面上機能性紡織品眾多，過去測試熱傳導性能，多使用穩態法等，不易模擬皮膚溫度變化與機能性織物的相互作用。改良式的瞬態平面熱源法，採用單面接觸式的熱反射偵測器，並以一瞬態穩定熱源施加在樣品上，進行熱傳導數值的量測。制定標準能協助廠商測試織物的保暖性能，或散熱功能，使消費者能穿著更舒適的織品。 | 參考 ASTM D7984:2021 Standard Test Method for Measurement of Thermal Effusivity of Fabrics Using a Modified Transient Plane Source (MTPS) Instrument 編擬。 |

二、 檢附文件資料：CNS(草-修 1110240)「紡織品－表面活性劑測定－烷基酚聚氧乙烯醚」等國家標準草案 2 份，請卓參。

三、 CNS 相關標準可至 www.cnsonline.com.tw 網站全文預覽相關內容。

四、 進度說明：

- 1、 預計於 111 年 7 月至 10 月份徵求意見。
- 2、 俟徵求意見結束後，召開國家標準技術委員會審查。

承辦人： 連國智

聯絡電話：(02) 2343-4550

E-mail： dillon.lian@bsmi.gov.tw

傳 真：(02) 3343-5162

CNS(草-修 1110240)「紡織品－表面活性劑測定－烷基酚聚氧乙烯醚」

國家標準草案審查意見書

此致

經濟部標準檢驗局 第一組第三科連國智

共 頁第 頁

| 草案編號 | 節次 | 審查意見 |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| | | <p>一、編修說明：參考參考 GB-T 23322:2018「紡織品－表面活性劑測定－烷基酚聚氧乙烯醚」編擬。</p> |
| <p>技術性貿易 障礙調查</p> | | <p>進口國家： _____ 發生時間： _____</p> <p>原因：<input type="checkbox"/>1.進口國檢驗措施不夠透明化，致無法取得相關資料； <input type="checkbox"/>2.進口國檢驗標準不合理或檢驗措施對我有不平等待遇； <input type="checkbox"/>3.台灣無試驗室可做測試；或 <input type="checkbox"/>4.其他： _____</p> <p>情況簡述： _____</p> |
| <p>審查委員或單位簽名（請務必填寫）：</p> <p>文號：經標一字第 11110010910 號、111 年 10 月 05 日截止（請不必備文，本表若不敷使用，請自行影印）、 倘需各標準草案或意見書空白表電子檔，請以 E-mail(dillon.lian@bsmi.gov.tw)來函索取。</p> | | |

標準檢驗局承辦人：連國智

CNS (草-制 1110239) 「織物熱逸散試驗法」

國家標準草案審查意見書

此致

經濟部標準檢驗局 第一組第三科連國智

共 頁第 頁

| 草案編號 | 節次 | 審查意見 |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| | | <p>二、編修說明：參考 ASTM D7984:2021 Standard Test Method for Measurement of Thermal Effusivity of Fabrics Using a Modified Transient Plane Source (MTPS) Instrument 編擬。</p> |
| <p>技術性貿易 障礙調查</p> | | <p>進口國家： _____ 發生時間： _____</p> <hr/> <p>原因：<input type="checkbox"/>1.進口國檢驗措施不夠透明化，致無法取得相關資料； <input type="checkbox"/>2.進口國檢驗標準不合理或檢驗措施對我有不平等待遇； <input type="checkbox"/>3.台灣無試驗室可做測試；或 <input type="checkbox"/>4.其他： _____</p> <p>情況簡述： _____</p> |
| <p>審查委員或單位簽名（請務必填寫）：</p> <p>文號：經標一字第 11110010910 號、111 年 10 月 05 日截止（請不必備文，本表若不敷使用，請自行影印）、 倘需各標準草案或意見書空白表電子檔，請以 E-mail(dillon.lian@bsmi.gov.tw)來函索取。</p> | | |

標準檢驗局承辦人：連國智

中華民國國家標準

C N S

紡織品－表面活性劑測定－ 烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚

Textiles – Determination of surfactant
– Alkylphenol and Alkylphenol
ethoxylates

CNS 15579:2022
L3

中華民國 71 年 1 月 13 日制定公布
Date of Promulgation:1982-01-13

中華民國 年 月 日修訂公布
Date of Amendment: - -

本標準非經經濟部標準檢驗局同意不得翻印

目錄

| 節次 | 頁次 |
|------------------------------------------------|----|
| 前言 | 2 |
| 1. 適用範圍 | 3 |
| 2. 引用標準 | 3 |
| 3. 原理 | 3 |
| 4. 試劑和標準溶液 | 3 |
| 5. 儀器及設備 | 4 |
| 5.1 液相層析-質譜儀，配有電噴霧離子源(ESI) | 4 |
| 5.2 分析天平：精密度 0.0001 g | 4 |
| 5.3 超音波清洗器：可控溫至(70±2) °C | 4 |
| 5.4 旋轉蒸發儀 | 4 |
| 5.5 固相萃取裝置 | 4 |
| 5.6 氮氣吹乾儀 | 4 |
| 6. 試驗步驟 | 4 |
| 6.1 試樣的製備及淨化 | 4 |
| 6.2 測定 | 4 |
| 6.3 空白試驗 | 7 |
| 7. 結果計算 | 7 |
| 7.1 LC-MS 法計算公式 | 7 |
| 7.2 LC-MS-MS 法計算公式 | 7 |
| 8. 方法的測定極限、回收率和精密度 | 8 |
| 8.1 測定極限 | 8 |
| 8.2 回收率 | 8 |
| 8.3 精密度 | 8 |
| 9. 試驗報告 | 8 |
| 附錄 A (規定)烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的逆相高效液相層析測定方法 | 9 |
| 附錄 B (規定)烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的正相高效液相層析測定方法 | 12 |
| 附錄 C (規定)烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的親水作用層析測定方法 | 18 |
| 附錄 D (規定) LC-MS 法測定 AP 和 APEO 的選擇離子監測層析圖 | 23 |
| 附錄 D (規定)質譜參考條件 | 24 |
| 參考標準 | 26 |

前言

本標準係依標準法之規定，經國家標準審查委員會審定，由主管機關公布之中華民國國家標準。

依標準法第四條之規定，國家標準採自願性方式實施。但經各該目的事業主管機關引用全部或部分內容為法規者，從其規定。

本標準並未建議所有安全事項，使用本標準前應適當建立相關維護安全與健康作業，並且遵守相關法規之規定。

本標準之部分內容，可能涉及專利權、商標權與著作權，主管機關及標準專責機關不負責任何或所有此類專利權、商標權與著作權之鑑別。

1. 適用範圍

本標準規定紡織品中烷基酚(AP)及烷基酚聚氧乙烯醚(AP n EO, $n=2\sim 16$)的液相層析－串聯質譜(LC-MS/MS)的檢測方法。

本標準適用於各類紡織產品。

備考 1. AP 的分子結構通式為 $R-C_6H_4-OH$ 。本標準中 AP 是指常見的辛基酚[OP, $C_8H_{17}-C_6H_4-OH$]和壬基酚[NP, $C_9H_{19}-C_6H_4-OH$]。AP n EO 的分子結構通式為 $R-C_6H_4-(OC_2H_4)_nOH$ 。本標準中 AP n EO 是指常用的辛基酚聚氧乙烯醚 [Op n EO, $C_8H_{17}-C_6H_4-(OC_2H_4)_nOH$] 和壬基酚聚氧乙烯醚 [Np n EO, $C_9H_{19}-C_6H_4-(OC_2H_4)_nOH$]。

備考 2. 烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚的逆相高效液相色譜測定方法、正相高效液相色譜測定方法和親水作用色譜(HILIC)測定方法分別參照附錄 A、附錄 B 及附錄 C。

2. 引用標準

下列標準因本標準所引用，成為本標準之一部分。下列引用標準適用最新版(包括補充增修)。

CNS 3699 化學分析用水

3. 原理

以甲醇作為萃取溶劑，用索氏萃取裝置萃取樣品中 AP n EO，萃取液經濃縮和淨化後，以配有螢光偵檢器的高效能液相層析儀或液相層析串聯質譜儀測定，外標準法定量。

4. 試劑和標準溶液

除另有規定外，本方法所用試劑均為 HPLC 級(或同級品)、LC/MS 級(或更高純度)，水為去離子水。

4.1 甲醇(HPLC 級)。

4.2 乙腈(HPLC 級)。

4.3 正己烷(HPLC 級)。

4.4 異丙醇(HPLC 級)。

4.5 二氯甲烷(HPLC 級)。

4.6 甲醇－水溶液：準確量取 300 mL 甲醇和 200 mL 水，混勻後備用。

4.7 甲醇－二氯甲烷溶液：準確量取 100 mL 甲醇和 400 mL 二氯甲烷，混勻後備用。

4.8 辛基酚標準品：OP，CAS 號 140-66-9，純度 $\geq 97\%$ 。

4.9 壬基酚標準品：NP，CAS 號 25154-52-3，優級純。

4.10 辛基酚聚氧乙烯醚標準品：OP n EO，CAS 號 9002-93-1，平均聚合度 $n=9$ ，優級純。

4.11 壬基酚聚氧乙烯醚標準品：NP n EO，CAS 號 9016-45-9，平均聚合度 $n=9$ ，純度 $\geq 99\%$ 。

4.12 標準儲備液：分別準確稱取適量 OP (4.8)、NP (4.9)、Op n EO (4.10)及 Np n EO (4.11)，用甲醇配制成濃度為 10 mg/mL 的單組分標準儲備液。

4.13 標準溶液：分別移取 OP、NP、OP n EO 及 Np n EO 標準儲備液(4.12)適量體積，置於同一

容量瓶中，用甲醇稀釋，配制成所需濃度的混合標準溶液。

4.14 固相萃取柱：填料為親脂性二乙烯苯及親水性 *N*-乙基吡咯烷酮共聚物 60 mg，3 mL。

使用前依次用 2 mL 甲醇、4 mL 水活化。

4.15 有機系濾膜：0.22 μm。

5. 儀器及設備

5.1 液相層析-質譜儀，配有電噴霧離子源(ESI)。

5.2 分析天平：精密度 0.0001 g。

5.3 超音波清洗器：可控溫至(70±2) °C。

5.4 旋轉蒸發儀。

5.5 固相萃取裝置。

5.6 氮氣吹乾儀。

6. 試驗步驟

6.1 試樣的製備及淨化

取代表性試樣，剪成約 5 mm×5 mm 的碎片，混合均勻。稱取 1 g 試樣(精確至 0.01 g)，置於 50 mL 離心管中，加入 30 mL 甲醇，在(70±2) °C 下超音波萃取(60±5) min。用旋轉蒸發儀在 40 °C 以下，將萃取液濃縮至近乾。準確加入 2.0 mL 甲醇溶解殘渣。用 0.22 μm 濾膜(4.15)將樣液過濾至小樣品瓶中，供儀器分析用。

當試樣(如蠶絲類)中雜質干擾測試結果時，可採用以下淨化方法。用 10 mL 甲醇-水溶液(4.6)溶解上述濃縮瓶中的殘渣，全部轉移至固相萃取柱(4.14)中，控制流速為 1 mL/min~2 mL/min。減壓抽乾 10 min 後用 5 mL 甲醇-二氯甲烷溶液(4.7)流洗，收集流洗液。將流洗液用氮氣吹乾，準確加入 2.0 mL 甲醇解殘渣。用 0.22 μm 濾膜將樣液過濾至小樣品瓶中，供儀器分析用。

備考：正相 HPLC 分析時，建議用異丙醇溶解殘渣。

6.2 測定

6.2.1 液相層析-質譜法(LC-MS)參考層析及質譜條件

由於測試結果取決於使用的儀器，因此不可能給出層析分析的普遍參數，採用下列參數已被證明測試是合適的。

(a) 參考層析條件：

(1) 層析管柱：C₁₈ 管柱，粒徑 3.5 μm，2.1 mm (內徑)×150 mm (長度)，或同級品。

(2) 移動相：AP 分析移動相為甲醇-水-乙腈(19+75+6)，等度沖提；AP_nEO 梯度沖提條件如表 1 所示。

(3) 流速：0.3 mL/min。

(4) 樣品注入量：10 μL。

(5) 柱溫：35 °C。

(b) 參考質譜條件：

- (1) 離子源：電噴霧離子源。
- (2) 掃描方式：選擇離子掃描。
- (3) AP 採用負離子掃描模式，質量掃描範圍： m/z 200~225，選擇監測離子 m/z 205 (OP)， m/z 219 (NP)；AP n EO 採用正離子掃描模式，質量掃描範圍： m/z 150~1,000，選擇監測離子 m/z 361.5 + Δ 44 (OPEO, $n_{EO}=3\sim 16$)。
- (4) 毛細管電壓：4,500 V。
- (5) 乾燥氣為高純度氮氣，乾燥氣溫度：350 °C，乾燥氣流速：10 L/min。

表 1 AP n EO 分析 LC-MS 梯度沖提條件

| 時間 min | 甲醇 % | 水 % | 乙腈 % |
|-----------|---------|--------|---------|
| 0.00 | 19 | 75 | 6 |
| 12.00 | 10 | 84 | 6 |
| 12.50 | 19 | 75 | 6 |
| 17.50 | 19 | 75 | 6 |

6.2.2 液相層析-串聯質譜法(LC-MS/MS)參考層析及質譜條件

由於測試結果取決於使用的儀器，因此不可能給出層析分析的普遍參數，採用下列參數已被證明測試是合適的。

(a) 參考層析條件：

- (1) 層析管柱：C₁₈ 管柱，粒徑 5 μ m，4.6 mm (內徑)×150 mm (長度)，或同級品。
- (2) 移動相：AP 梯度沖提條件如表 2 所示；AP n EO 梯度沖提條件如表 3 所示。
- (3) 流速：0.6 mL/min。
- (4) 樣品注入量：5 μ L。
- (5) 柱溫：30 °C。

(b) 參考質譜條件：

- (1) 離子源：電噴霧離子源。
- (2) 掃描極性：AP 採用負離子掃描，AP n EO 採用正離子掃描。
- (3) 掃描方式：多重反應監測(MRM)。
- (4) 霧化氣、碰撞氣均為高純度氮氣。
- (5) 監測離子對及電壓等參數參見附錄 D。

表 3 AP_nEO 分析 LC-MS/MS 梯度沖提條件

| 時間 min | 水 % | 甲醇 % |
|-----------|--------|---------|
| 0.00 | 80 | 20 |
| 2.00 | 20 | 80 |
| 4.00 | 20 | 80 |
| 4.10 | 80 | 20 |
| 8.00 | 80 | 20 |

表 1 AP 分析 LC-MS/MS 梯度沖提條件

| 時間 min | 0.005 mol 乙酸銨 % | 甲醇 % |
|-----------|--------------------|---------|
| 0.00 | 80 | 20 |
| 2.00 | 20 | 80 |
| 4.00 | 20 | 80 |
| 4.10 | 80 | 20 |
| 8.00 | 80 | 20 |

6.2.3 定性測定

6.2.3.1 LC-MS 定性

標準工作溶液和樣液等體積交互穿插進樣，首先對待測樣進行全掃描分析，然後與標準品的滯留時間和質譜圖對照，對待測組進行定性。

6.2.3.2 LC-MS/MS 定性

按照 LC-MS/MS 條件測定樣品和標準溶液，如果檢測的質量層析峰滯留時間與標準品一致，且樣品中各組定性離子的相對強度與接近濃度的標準溶液中相對應的定性離子的相對強度進行比較，允差不超過表 2 規定的範圍，則可判斷樣品中存在對應的被測物。

表 4 定性確認時相對離子強度的最大允差

| 相對離子強度 | >50 % | >20 % ~ 50 % | >10 % ~ 20 % | ≤ 10 % |
|--------|--------|--------------|--------------|--------|
| 相對允差 | ± 20 % | ± 25 % | ± 30 % | ± 50 % |

6.2.4 定量測定

在儀器最佳試驗條件下，對標準溶液進行測定，以待測物的濃度為橫坐標，待測物的峰面積為縱坐標繪製標準曲線，用標準曲線依外標法對待測樣品進行定

量，樣品溶液中待測物的響應值均應在儀器測定的線性範圍內。在上述分析條件下，LC-MS 法測定 AP 和 AP_nEO 的選擇離子監測層析圖參見附錄 D 中圖 D.1 及圖 D.2；LC-MS-MS 法測定 AP 和 AP_nEO 的滯留時間參見附錄 E 中表 E.1，AP 和 AP_nEO 的多重反應監測(MRM)層析圖參見附錄 E 中圖 E.1～圖 E.7。

6.3 空白試驗

除不加試樣外，均依上述步驟進行。

7. 結果計算

7.1 LC-MS 法計算公式

依下列公式(1)計算試樣中烷基苯酚類及烷基苯酚聚氧乙烯醚類含量。結果保留至小數點後 2 位。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中， X ：試樣中待測物的含量(mg/kg)

c ：從標準曲線得到的樣液中待測物的濃度(mg/L)

c_0 ：從標準曲線得到的空白試驗溶液中待測物的濃度(mg/L)

V ：樣液最終定量體積(mL)

m ：最終樣液所代表的試樣質量(g)

7.2 LC-MS-MS 法計算公式

7.2.1 標準液溶中聚合度為 n 的 AP_nEO 濃度計算

依下列公式(2)計算 AP_nEO 中每種成分的質量分數

$$R_n = \frac{A_n}{\sum A_i} \dots\dots\dots(2)$$

式中， R_n ：聚合度為 n 的 AP_nEO 質量分量

A_n ：聚合度為 n 的 AP_nEO 峰面積

$\sum A_i$ ：AP_nEO 峰面積之合(聚合度從 2～16)

依下列公式(3)計算標準溶液中聚合度為 n 的 AP_nEO 濃度。

$$C_n = R_n \times C_s \dots\dots\dots(3)$$

式中， C_n ：標準溶液中聚合度為 n 的 AP_nEO 濃度(mg/L)

R_n ：聚合度為 n 的 AP_nEO 質量分量

C_s ：AP_nEO 標準溶液的濃度(mg/L)

7.2.2 AP 和 AP_nEO 含量計算

依下列公式(4)計算試樣中 AP 的含量。結果保留至小數點後 2 位。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(4)$$

- 式中， X ：試樣中 OP 或 NP 的含量 (mg/kg)
 c ：從標準曲線得到的樣液中 OP 或 NP 的濃度 (mg/L)
 c_0 ：從標準曲線得到的空白試驗溶液中 OP 或 NP 的濃度 (mg/L)
 V ：樣液最終定量體積 (mL)
 m ：最終樣液所代表的試樣質量 (g)

依下列公式(4)計算試樣中 APnEO 的含量。結果保留至小數點後 2 位。

$$X = \sum \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(5)$$

- 式中， X ：試樣中 OPnEO 或 NPnEO 的含量 (mg/kg)
 c ：從標準曲線得到的樣液中聚合度為 i 的 OPnEO 或 NPnEO 濃度 (mg/L)
 c_0 ：從標準曲線得到的空白試驗溶液中聚合度為 i 的 OPnEO 或 NPnEO 濃度 (mg/L)
 V ：樣液最終定量體積 (mL)
 m ：最終樣液所代表的試樣質量 (g)

8. 方法的測定極限、回收率和精密度

8.1 測定極限

LC-MS 法對試樣中 OP、NP、OPnEO 及 NPnEO 的測定極限分別為 0.25 mg/kg、0.5 mg/kg、0.5 mg/kg 及 0.5 mg/kg；LC-MS/MS 法對試樣中 AP 的測定極限為 0.1 mg/kg，APnEO 的測定極限為 1.0 mg/kg。

8.2 回收率

回收率範圍為 80 % ~ 110 %。

8.3 精密度

在同一實驗室，由同一操作者使用相同的設備、按相同的測試方法，連續對同一被測物進行獨立的測試，所獲得的兩次獨立測試結果的相對標準偏差不大於 10 %。大於此兩個測定值算術平均值的 10 % 情況下，以不超過 5 % 為前提。

9. 試驗報告

試驗報告至少應包含下列內容。

- (a) 樣品來源及描述。
- (b) 採用的測試方法。
- (c) 測試結果。
- (d) 註明與本標準不同之處。
- (e) 試驗日期。

附錄 A

(規定)

烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的逆相高效液相層析測定方法

A.1 一般

本附錄給出紡織品中烷基酚(AP)和烷基酚聚氧乙烯醚(AP_nEO, $n=2\sim 16$)的逆相高效液相層析測定方法。

A.2 原理

用甲醇超音波萃取試樣中的 AP 及 AP_nEO, 萃取液經濃縮和淨化後, 用配有螢光檢測器的高效液相層析儀測定, 外標法定量。

A.3 試劑或材料

同第 4 節。

A.4 儀器及設備

A.4.1 高效液相層析儀, 配有螢光檢測器。

A.4.2 分析天平: 精密度 0.0001 g。

A.4.3 超音波清洗器: 可控溫至(70±2) °C。

A.4.4 旋轉蒸發儀。

A.4.5 固相萃取裝置。

A.4.6 氮氣吹乾儀。

A.5 試驗步驟

A.5.1 試樣的製備及淨化

取代表性試樣, 剪成約 5 mm×5 mm 的碎片, 混合均勻。稱取 1 g 試樣(精確至 0.01 g), 置於 50 mL 離心管中, 加入 30 mL 甲醇, 在(70±2) °C 下超音波萃取(60±5) min。用旋轉蒸發儀在 40 °C 以下, 將萃取液濃縮至近乾。準確加入 2.0 mL 甲醇溶解殘渣。用 0.22 μm 濾膜(4.15)將樣液過濾至小樣品瓶中, 供儀器分析用。當試樣(如蠶絲類)中雜質干擾測試結果時, 可採用以下淨化方法。用 10 mL 甲醇-水溶液(4.6)溶解上述濃縮瓶中的殘渣, 全部轉移至固相萃取柱(4.14)中, 控制流速為 1 mL/min~2 mL/min。棄去流出液, 減壓抽乾 10 min 後用 5 mL 甲醇-二氯甲烷溶液(4.7)流洗, 收集流洗液。將流洗液用氮氣吹乾, 準確加入 2.0 mL 甲醇解殘渣。用 0.22 μm 濾膜將樣液過濾至小樣品瓶中, 供儀器分析用。

A.5.2 測定

A.5.2.1 參考層析條件

由於測試結果取決於使用的儀器, 因此不可能給出層析分析的普遍參數, 採用下列參數已被證明測試是合適的。

(a) 層析管柱: C₁₈ 管柱, 粒徑 5 μm, 4.6 mm (內徑)×250 mm (長度), 或同級品。

(b) 層析管柱溫度: 35 °C

(c) 移動相: 甲醇-水-乙腈(19+75+6, 體積比)

(d) 檢測波長：激發波長 230 nm，發射波長 296 nm。

(e) 流速：1 mL/min。

(f) 樣品注入量：10 μ L。

A.5.2.2 層析測定

依據樣液中 AP 及 AP n EO 含量，選擇濃度相近的標準溶液(4.13)。對標準溶液和樣液等體積交互進樣測定。標準溶液和樣液中 AP 及 AP n EO 的對應強度均應在儀器檢測的線性範圍內。在上述層析條件下，AP 及 AP n EO 的滯留時間參照表 A.1，液相層析圖參照圖 A.1。當樣液的層析峰滯留時間與標準溶液一致時，可用 LC-MS/MS 法進一步分析確認。

表 A.1 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的逆相 HPLC 參考滯留時間

| 出峰序號 | 樣品名稱 | 英文簡稱 | 參考滯留時間 min |
|------|----------|-----------|---------------|
| 1 | 辛基酚 | OP | 7.88 |
| 2 | 辛基酚聚氧乙烯醚 | OP n EO | 9.02 |
| 3 | 壬基酚 | NP | 10.19 |
| 4 | 壬基酚聚氧乙烯醚 | NP n EO | 11.81 |

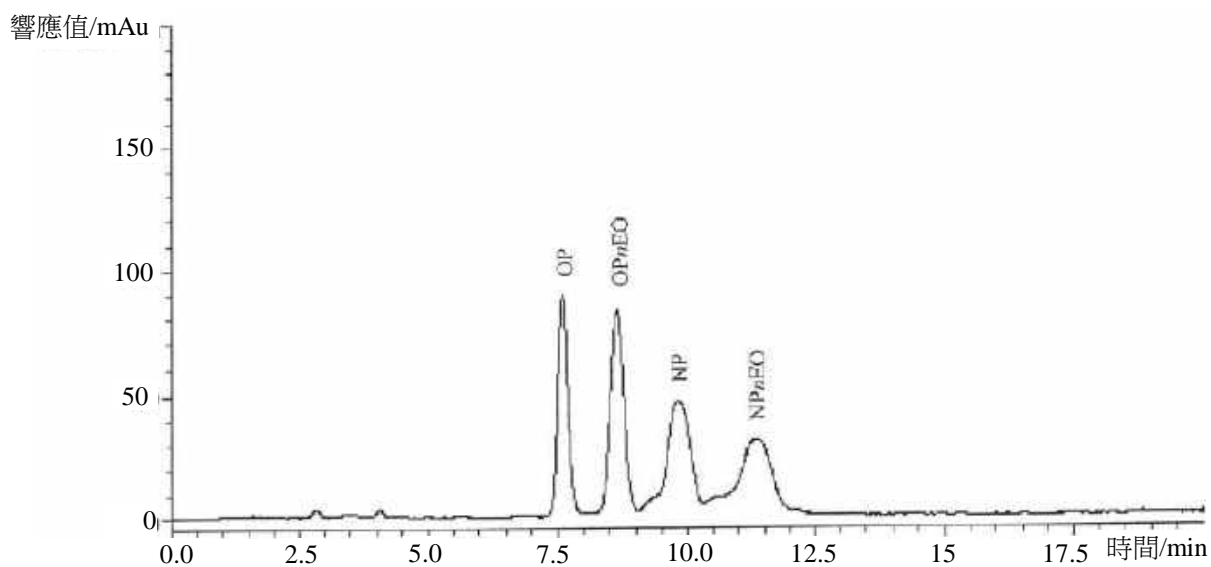


圖 A.1 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的逆相 HPLC 層析圖例

A.5.3 空白試驗

除不加試樣外，均依上述步驟進行。

A.6 結果計算

依下列公式(A.1)計算試樣中待測物含量。結果保留至小數點後 2 位。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中， X ：試樣中待測物的含量 (mg/kg)

c ：從標準曲線得到的樣液中待測物的濃度 (mg/L)

c_0 ：從標準曲線得到的空白試驗溶液中待測物的濃度 (mg/L)

V ：樣液最終定量體積 (mL)

m ：最終樣液所代表的試樣質量 (g)

A.7 方法的測定極限、回收率和精密度

A.7.1 測定極限

本方法對試樣中 AP 及 APnEO 的測定極限為 1.0 mg/kg。

A.7.2 回收率

回收率範圍為 80 % ~ 110 %。

A.7.3 精密度

在同一實驗室，由同一操作者使用相同的設備、按相同的測試方法，連續對同一被測物進行獨立的測試，所獲得的兩次獨立測試結果的相對標準偏差不大於 10 %。大於此兩個測定值算術平均值的 10 % 情況下，以不超過 5 % 為前提。

A.8 試驗報告

同第 9 節。

附錄 B

(規定)

烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的正相高效液相層析測定方法

B.1 一般

本附錄給出紡織品中烷基酚(AP)和烷基酚聚氧乙烯醚(AP n EO, $n=2\sim 16$)的正相高效液相層析測定方法。

B.2 原理

用甲醇超音波萃取試樣中的 AP 及 AP n EO, 萃取液經濃縮和淨化後, 用配有螢光檢測器的高效液相層析儀測定, 外標法定量。

B.3 試劑或材料

除另有規定外, 本方法所用試劑均為 HPLC 級(或同級品), 水為去離子水。

B.3.1 甲醇(HPLC 級)。

B.3.2 乙腈(HPLC 級)。

B.3.3 正己烷(HPLC 級)。

B.3.4 異丙醇(HPLC 級)。

B.3.5 二氯甲烷(HPLC 級)。

B.3.6 甲醇-水溶液(3+2): 準確量取 300 mL 甲醇和 200 mL 水, 混勻後備用。

B.3.7 甲醇-二氯甲烷溶液(1+4): 準確量取 100 mL 甲醇和 400 mL 二氯甲烷, 混勻後備用。

B.3.8 辛基酚標準品: OP, CAS 號 140-66-9, 純度 $\geq 97\%$ 。

B.3.9 壬基酚標準品: NP, CAS 號 25154-52-3, 優級純。

B.3.10 辛基酚聚氧乙烯醚標準品: OP n EO, CAS 號 9002-93-1, 平均聚合度 $n=9$, 優級純。

B.3.11 壬基酚聚氧乙烯醚標準品: NP n EO, CAS 號 9016-45-9, 平均聚合度 $n=9$, 純度 $\geq 99\%$ 。

B.3.12 標準儲備液: 分別準確稱取適量 OP (B.3.8)、NP (B.3.9)、OP n EO (B.3.10)及 NP n EO(B.3.11), 用異丙醇配制成濃度為 10 mg/mL 的單組分標準儲備液。

B.3.13 標準溶液: 分別移取 OP、NP、OP n EO 及 NP n EO 標準儲備液(B.3.12)適量體積, 置於同一容量瓶中, 用異丙醇稀釋, 配制成所需濃度的混合標準溶液。

B.3.14 固相萃取柱: 填料為親脂性二乙烯苯及親水性 *N*-乙基吡咯烷酮共聚物 60 mg, 3 mL。使用前依次用 2 mL 甲醇、4 mL 水活化。

B.3.15 有機系濾膜: 0.22 μm 。

B.4 儀器及設備

B.4.1 高效液相層析儀, 配有螢光檢測器。

B.4.2 分析天平: 精密度 0.0001 g。

B.4.3 超音波清洗器：可控溫至 (70 ± 2) °C。

B.4.4 旋轉蒸發儀。

B.4.5 固相萃取裝置。

B.4.6 氮氣吹乾儀。

B.5 試驗步驟

B.5.1 試樣的製備及淨化

取代表性試樣，剪成約 5 mm×5 mm 的碎片，混合均勻。稱取 1 g 試樣(精確至 0.01 g)，置於 50 mL 離心管中，加入 30 mL 甲醇，在 (70 ± 2) °C 下超音波萃取 (60 ± 5) min。用旋轉蒸發儀在 40 °C 以下，將萃取液濃縮至近乾。準確加入 2.0 mL 異丙醇溶解殘渣。用 0.22 μm 濾膜(B.3.15)將樣液過濾至小樣品瓶中，供儀器分析用。

當試樣(如蠶絲類)中雜質干擾測試結果時，可採用以下淨化方法。用 10 mL 甲醇－水溶液(B.3.6)溶解上述濃縮瓶中的殘渣，全部轉移至固相萃取柱(B.3.14)中，控制流速為 1 mL/min~2 mL/min。棄去流出液，減壓抽乾 10 min 後用 5 mL 甲醇－二氯甲烷溶液(B.3.7)流洗，收集流洗液。將流洗液用氮氣吹乾，準確加入 2.0 mL 異丙醇解殘渣。用 0.22 μm 濾膜將樣液過濾至小樣品瓶中，供儀器分析用。

B.5.2 測定

B.5.2.1 參考層析條件

由於測試結果取決於使用的儀器，因此不可能給出層析分析的普遍參數，採用下列參數已被證明測試是合適的。

- (a) 層析管柱：氨基管柱，粒徑 5 μm，4.6 mm (內徑)×250 mm (長度)，或同級品。
- (b) 層析管柱溫度：30 °C
- (c) 移動相：梯度沖提條件見表 B.1。
- (d) 檢測波長：激發波長 230 nm，發射波長 296 nm。
- (e) 流速：1 mL/min。
- (f) 樣品注入量：20 μL。

表 B.1 正相 HPLC 梯度洗脫條件

| 時間 min | 正己烷-異丙醇 (90+10，體積比) % | 異丙醇-水 (90+10，體積比) % |
|-----------|-----------------------------|---------------------------|
| 0 | 100 | 0 |
| 20 | 70 | 30 |
| 30 | 70 | 30 |
| 40 | 40 | 60 |
| 45 | 40 | 60 |
| 50 | 100 | 0 |
| 55 | 100 | 0 |

B.5.2.2 層析測定

依據樣液中 AP 及 AP n EO 含量，選擇濃度相近的標準溶液(B.3.13)。對標準溶液和樣液等體積交互進樣測定。標準溶液和樣液中 AP 及 AP n EO 的對應強度均應在儀器檢測的線性範圍內。在上述層析條件下，AP 及 AP n EO 的滯留時間參照表 B.2，液相層析圖參照圖 B.1 及圖 B.2。當樣液的層析峰滯留時間與標準溶液一致時，可用 LC-MS/MS 法進一步分析確認。

表 B.2 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的正相 HPLC 參考滯留時間

| OP 及 OP _n EO | | | NP 及 NP _n EO | | |
|-------------------------|--------|---------------|-------------------------|--------|---------------|
| 出峰序號 | 待測物 | 參考滯留時間 min | 出峰序號 | 待測物 | 參考滯留時間 min |
| 1 | OP | 5.193 | 1 | NP | 5.087 |
| 2 | OP2EO | 7.711 | 2 | NP2EO | 7.628 |
| 3 | OP3EO | 10.610 | 3 | NP3EO | 10.478 |
| 4 | OP4EO | 15.261 | 4 | NP4EO | 14.831 |
| 5 | OP5EO | 17.595 | 5 | NP5EO | 17.577 |
| 6 | OP6EO | 20.525 | 6 | NP6EO | 20.440 |
| 7 | OP7EO | 22.616 | 7 | NP7EO | 22.393 |
| 8 | OP8EO | 24.473 | 8 | NP8EO | 24.186 |
| 9 | OP9EO | 26.393 | 9 | NP9EO | 26.039 |
| 10 | OP10EO | 28.358 | 10 | NP10EO | 27.961 |
| 11 | OP11EO | 30.362 | 11 | NP11EO | 29.869 |
| 12 | OP12EO | 32.758 | 12 | NP12EO | 31.847 |
| 13 | OP13EO | 37.219 | 13 | NP13EO | 36.490 |
| 14 | OP14EO | 40.265 | 14 | NP14EO | 39.816 |
| 15 | OP15EO | 43.341 | 15 | NP15EO | 42.938 |
| 16 | OP16EO | 46.480 | 16 | NP16EO | 46.247 |

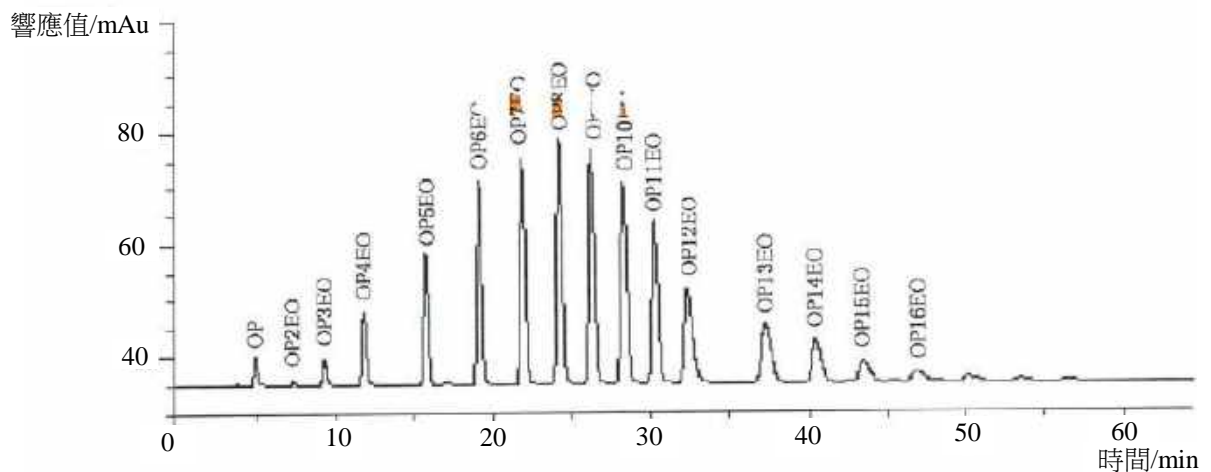


圖 B.1 辛基酚及辛基酚聚氧乙烯醚標準品的正相 HPLC 層析圖例

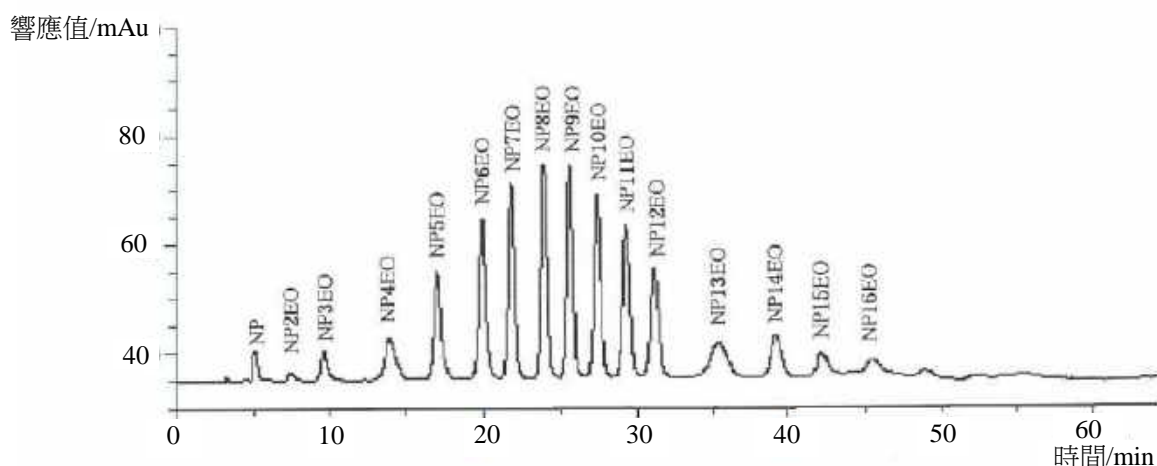


圖 B.2 壬基酚及壬基酚聚氧乙烯醚標準品的正相 HPLC 層析圖例

B.5.3 空白試驗

除不加試樣外，均依上述步驟進行。

B.6 結果計算

依 7.2 中式(3)計算試樣中 OP 或 NP 的含量。依下列公式(B.1)、(B.2)及(B.3)計算試樣中 OP_nEO。結果保留至小數點後 2 位。

$$X = \sum X_n \dots\dots\dots(B.1)$$

$$X_n = \frac{A_n \times c_{ns} \times V}{A_{ns} \times m} \dots\dots\dots(B.2)$$

$$c_{ns} = \frac{A_{ns} \times M_{ns} \times c_s}{\sum(A_{ns} \times M_{ns})} \dots\dots\dots(B.3)$$

式中， X：試樣中各聚合度 n (n=2~16)的 OP_nEO 或 NP_nEO 含量總和(mg/kg)

X_n：試樣中聚合度為 n 的 OP_nEO 或 NP_nEO 的含量(mg/kg)

A_n：試樣中聚合度為 n 的 OP_nEO 或 NP_nEO 峰面積

c_{ns}：標準溶液中聚合度為 n 的 OP_nEO 或 NP_nEO 濃度(mg/L)

V：樣液最終定量體積(mL)

A_{ns}：標準溶液中聚合度為 n 的 OP_nEO 或 NP_nEO 峰面積

m：最終樣液所代表的試樣質量(g)

M_{ns}：聚合度為 n 的 OP_nEO 或 NP_nEO 的相對分子質量

c_s：標準溶液中 OP_nEO 或 NP_nEO 濃度(mg/L)

B.7 方法的測定極限、回收率和精密度

B.7.1 測定極限

本方法對試樣中 AP 的測定極限為 1.0 mg/kg，AP_nEO 的測定極限為 10 mg/kg。

B.7.2 回收率

回收率範圍為 80 % ~ 110 %。

B.7.3 精密度

在同一實驗室，由同一操作者使用相同的設備、按相同的測試方法，連續對同一被測物進行獨立的測試，所獲得的兩次獨立測試結果的相對標準偏差不大於 10 %。大於此兩個測定值算術平均值的 10 % 情況下，以不超過 5 % 為前提。

B.8 試驗報告

同第 9 節。

附錄 C

(規定)

烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚的親水作用層析測定方法

C.1 一般

本附錄給出紡織品中烷基酚(AP)和烷基酚聚氧乙烯醚(AP n EO, $n=2\sim 16$)的親水作用層析(HILIC)測定方法。

C.2 原理

用甲醇超音波萃取試樣中的 AP 及 AP n EO, 萃取液經濃縮和淨化後, 用配有螢光檢測器的高效液相層析儀測定, 外標法定量。

C.3 試劑或材料

除另有規定外, 本方法所用試劑均為 HPLC 級(或同級品), 水為去離子水。

C.3.1 甲醇(HPLC 級)。

C.3.2 乙腈(HPLC 級)。

C.3.3 正己烷(HPLC 級)。

C.3.4 異丙醇(HPLC 級)。

C.3.5 二氯甲烷(HPLC 級)。

C.3.6 甲醇-水溶液(3+2): 準確量取 300 mL 甲醇和 200 mL 水, 混勻後備用。

C.3.7 甲醇-二氯甲烷溶液(1+4): 準確量取 100 mL 甲醇和 400 mL 二氯甲烷, 混勻後備用。

C.3.8 辛基酚標準品: OP, CAS 號 140-66-9, 純度 $\geq 97\%$ 。

C.3.9 壬基酚標準品: NP, CAS 號 25154-52-3, 優級純。

C.3.10 辛基酚聚氧乙烯醚標準品: OP n EO, CAS 號 9002-93-1, 平均聚合度 $n=9$, 優級純。

C.3.11 壬基酚聚氧乙烯醚標準品: NP n EO, CAS 號 9016-45-9, 平均聚合度 $n=9$, 純度 $\geq 99\%$ 。

C.3.12 標準儲備液: 分別準確稱取適量 OP (C.3.8)、NP (C.3.9)、Op n EO (C.3.10)及 Np n EO (C.3.11), 用乙腈配制成濃度為 10 mg/mL 的單組分標準儲備液。

C.3.13 標準溶液: 分別移取 OP、NP、OP n EO 及 Np n EO 標準儲備液(C.3.12)適量體積, 置於同一容量瓶中, 用乙腈稀釋, 配制成所需濃度的混合標準溶液。

C.3.14 固相萃取柱: 填料為親脂性二乙烯苯及親水性 *N*-乙基吡咯烷酮共聚物 60 mg, 3 mL。使用前依次用 2 mL 甲醇、4 mL 水活化。

C.3.15 有機系濾膜: 0.22 μm 。

C.4 儀器及設備

C.4.1 高效液相層析儀, 配有螢光檢測器。

C.4.2 分析天平: 精密度 0.0001 g。

C.4.3 超音波清洗器：可控溫至 (70 ± 2) °C。

C.4.4 旋轉蒸發儀。

C.4.5 固相萃取裝置。

C.4.6 氮氣吹乾儀。

C.5 試驗步驟

C.5.1 試樣的製備及淨化

取代表性試樣，剪成約 5 mm×5 mm 的碎片，混合均勻。稱取 1 g 試樣(精確至 0.01 g)，置於 50 mL 離心管中，加入 30 mL 甲醇，在 (70 ± 2) °C 下超音波萃取 (60 ± 5) min。用旋轉蒸發儀在 40 °C 以下，將萃取液濃縮至近乾。準確加入 2.0 mL 乙腈溶解殘渣。用 0.22 μm 濾膜(C.3.15)將樣液過濾至小樣品瓶中，供親水作用層析測定。

當試樣(如蠶絲類)中雜質干擾測試結果時，可採用以下淨化方法。用 10 mL 甲醇－水溶液(B.3.6)溶解上述濃縮瓶中的殘渣，全部轉移至固相萃取柱(B.3.14)中，控制流速為 1 mL/min~2 mL/min。棄去流出液，減壓抽乾 10 min 後用 5 mL 甲醇－二氯甲烷溶液(B.3.7)流洗，收集流洗液。將流洗液用氮氣吹乾，準確加入 2.0 mL 乙腈溶解殘渣。用 0.22 μm 濾膜將樣液過濾至小樣品瓶中，供親水作用層析測定。

B.5.2 測定

B.5.2.1 參考層析條件

由於測試結果取決於使用的儀器，因此不可能給出層析分析的普遍參數，採用下列參數已被證明測試是合適的。

- (a) 層析管柱：HILIC 柱，粒徑 5 μm，4.6 mm (內徑)×250 mm (長度)，或同級品。
- (b) 層析管柱溫度：30 °C
- (c) 移動相：梯度沖提條件見表 C.1。
- (d) 檢測波長：激發波長 230 nm，發射波長 296 nm。
- (e) 流速：1 mL/min。
- (f) 樣品注入量：20 μL。

表 C.1 HILIC 層析梯度洗脫條件

| 時間 min | 乙腈 % | 水 % |
|-----------|---------|--------|
| 0 | 99 | 1 |
| 4 | 99 | 1 |
| 10 | 93 | 7 |
| 15 | 93 | 7 |
| 16 | 99 | 1 |
| 22 | 99 | 1 |

C.5.2.2 層析測定

依據樣液中 AP 及 AP_nEO 含量，選擇濃度相近的標準溶液(C.3.13)。對標準溶液和樣液等體積交互進樣測定。標準溶液和樣液中 AP 及 AP_nEO 的對應強度均應在儀器檢測的線性範圍內。在上述層析條件下，AP 及 AP_nEO 的滯留時間參照表 C.2，液相層析圖參照圖 C.1 及圖 C.2。當樣液的層析峰滯留時間與標準溶液一致時，可用 LC-MS/MS 法進一步分析確認。

表 C.2 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的 HILIC 的參考滯留時間

| OP 及 OP _n EO | | | NP 及 NP _n EO | | |
|-------------------------|--------|---------------|-------------------------|--------|---------------|
| 出峰序號 | 待測物 | 參考滯留時間 min | 出峰序號 | 待測物 | 參考滯留時間 min |
| 1 | OP | 3.277 | 1 | NP | 3.238 |
| 2 | OP2EO | 3.893 | 2 | NP2EO | 3.854 |
| 3 | OP3EO | 4.241 | 3 | NP3EO | 4.184 |
| 4 | OP4EO | 4.782 | 4 | NP4EO | 4.723 |
| 5 | OP5EO | 5.423 | 5 | NP5EO | 5.362 |
| 6 | OP6EO | 6.207 | 6 | NP6EO | 6.130 |
| 7 | OP7EO | 7.040 | 7 | NP7EO | 6.954 |
| 8 | OP8EO | 7.864 | 8 | NP8EO | 7.787 |
| 9 | OP9EO | 8.486 | 9 | NP9EO | 8.378 |
| 10 | OP10EO | 9.279 | 10 | NP10EO | 9.154 |
| 11 | OP11EO | 10.114 | 11 | NP11EO | 9.966 |
| 12 | OP12EO | 11.046 | 12 | NP12EO | 10.888 |
| 13 | OP13EO | 12.119 | 13 | NP13EO | 11.968 |
| 14 | OP14EO | 13.306 | 14 | NP14EO | 13.154 |
| 15 | OP15EO | 14.595 | 15 | NP15EO | 14.429 |

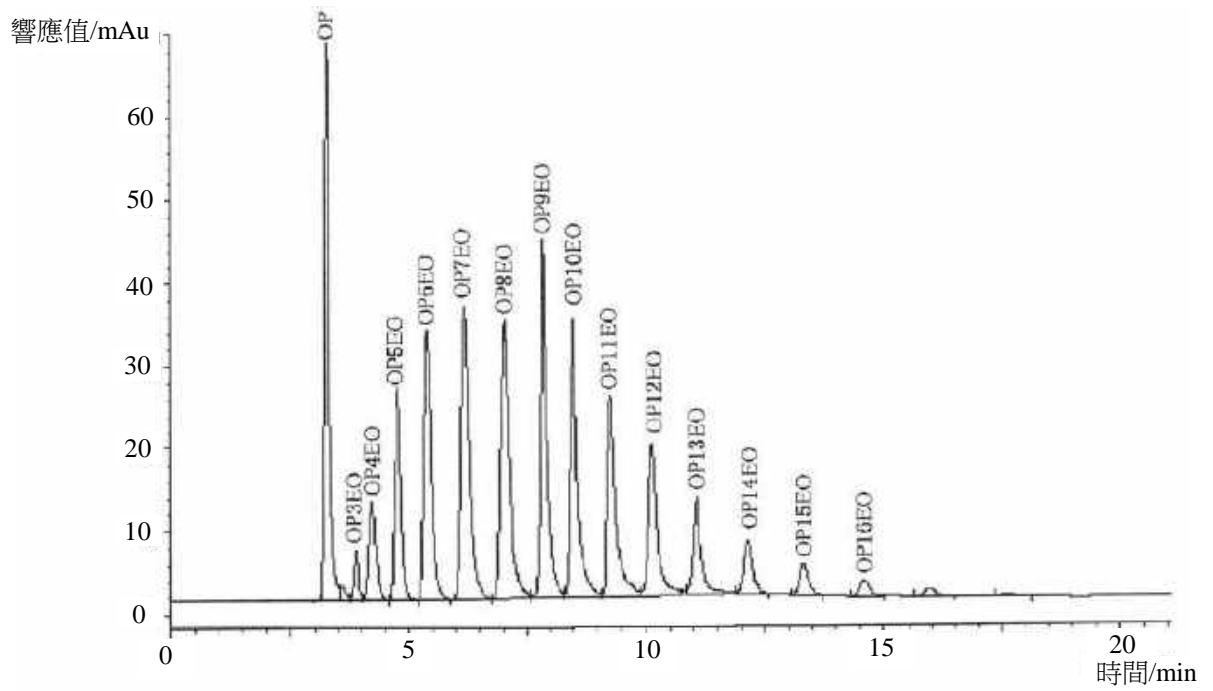


圖 C.1 辛基酚及辛基酚聚氧乙烯醚標準品的 HILIC 層析圖例

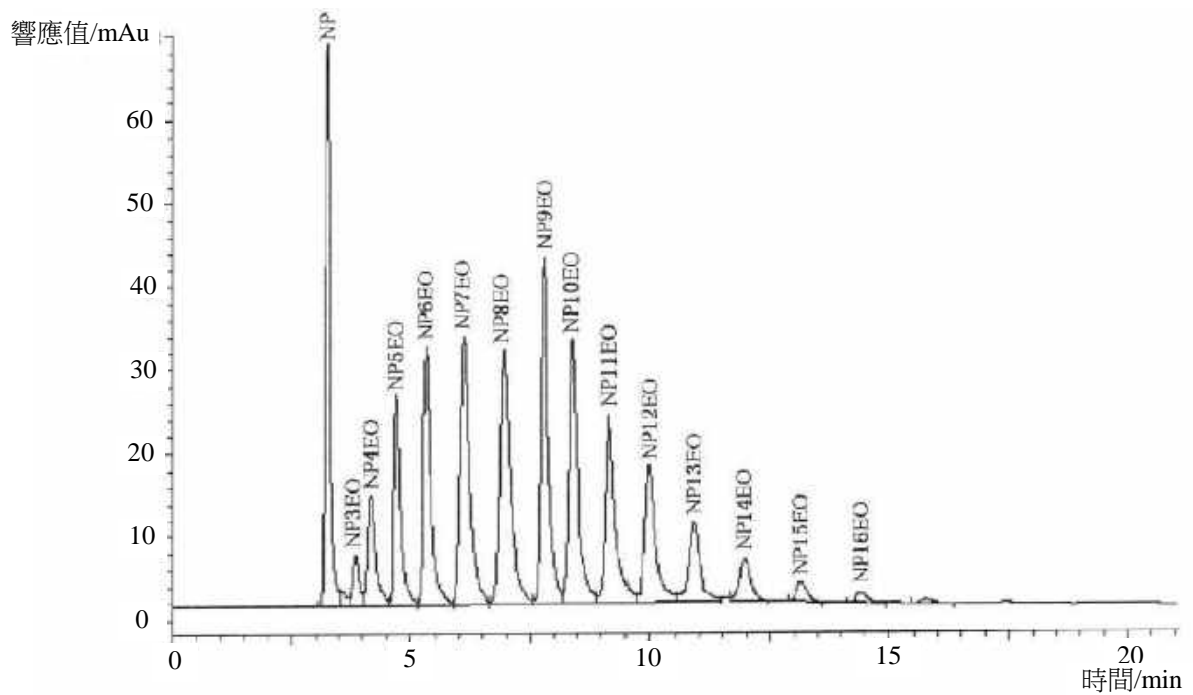


圖 C.2 壬基酚及壬基酚聚氧乙烯醚標準品的正相 HPLC 層析圖例

C.5.3 空白試驗

除不加試樣外，均依上述步驟進行。

C.6 結果計算

同附錄 B 第 B.6

C.7 方法的測定極限、回收率和精密度

C.7.1 測定極限

本方法對試樣中 AP 的測定極限為 1.0 mg/kg，AP_nEO 的測定極限為 10 mg/kg。

C.7.2 回收率

回收率範圍為 80 % ~ 110 %。

C.7.3 精密度

在同一實驗室，由同一操作者使用相同的設備、按相同的測試方法，連續對同一被測物進行獨立的測試，所獲得的兩次獨立測試結果的相對標準偏差不大於 10 %。大於此兩個測定值算術平均值的 10 % 情況下，以不超過 5 % 為前提。

C.8 試驗報告

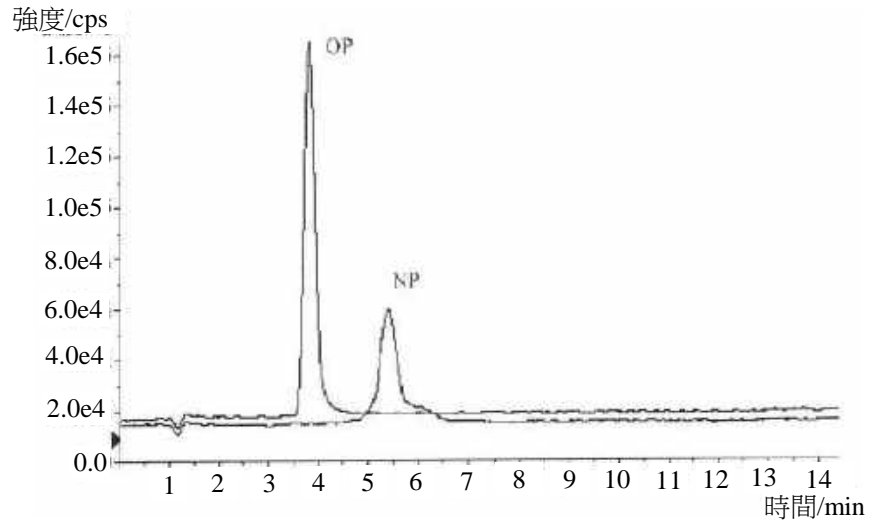
同第 9 節。

附錄 D

(規定)

LC-MS 法測定 AP 和 APEO 的選擇離子監測層析圖

LC-MS 法測定 AP 和 APEO 的選擇離子監測層析圖見圖 D.1 及圖 D.2。

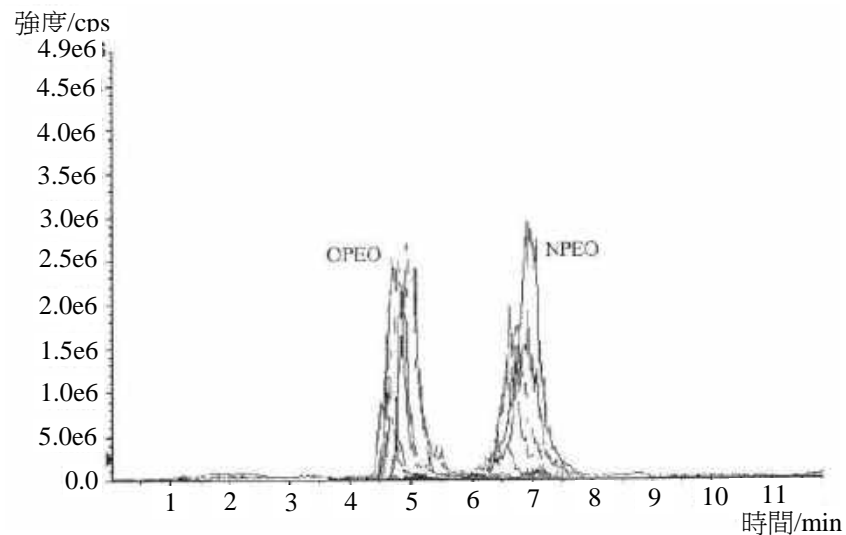


說明

OP— m/z 205

NP— m/z 219

圖 D.2 辛基苯酚(OP)及壬基苯酚(NP)的選擇子監測圖例



說明

OPEO— m/z 361.5 + Δ 44 ($n_{EO}=3\sim 16$)

NPEO— m/z 375.5 + Δ 44 ($n_{EO}=3\sim 16$)

圖 D.2 辛基苯酚聚氧乙烯醚(OPEO)及壬基苯酚聚氧乙烯醚(NPEO)的選擇子監測圖例

附錄 D
(規定)
質譜參考條件

監測離子對及電壓參數。

- (a) 氣簾氣壓力(CUR)：172.4 kPa (25 psi)。
 (b) 霧化氣壓力(GS1)：289.6 kPa (42 psi)。
 (c) 輔助氣流速(GS2)：310.3 kPa (45 psi)。
 (d) 離子源溫度(TEM)：540 °C。
 (e) 碰撞氣(CAD)：41.4 kPa (6 psi)。
 (f) 離子對、電噴霧電壓(IS)、去簇電壓(DP)、碰撞氣能量(CE)及碰撞室出口電壓(CXP)
 見表 E.1。

表 E.1 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的 LC-MS/MS 的滯留時間和多反應監測
(MRM)條件

| 待測物 | 滯留時間 min | 定性和定量離子對 m/z | 電噴霧電壓(IS) V | 去簇電壓(DP) V | 碰撞氣能量(CE) V | 碰撞室出口電壓(CXP) V |
|-------|-------------|-------------------|----------------|---------------|----------------|-------------------|
| OP | 3.64 | 708.7/691.5* | -4500 | -85 | -33 | -5 |
| | | 708.7/277.2 | -4500 | -85 | -63 | -5 |
| NP | 4.50 | 219.2/132.9* | -4500 | -85 | -42 | -5 |
| | | 219.2/146.9 | -4500 | -85 | -37 | -5 |
| OP2EO | 3.75 | 312.2/183.5* | 5500 | 50 | 19 | 10 |
| | | 312.2/113.3 | 5500 | 50 | 22 | 10 |
| OP3EO | 3.72 | 356.0/227.3* | 5500 | 50 | 18 | 10 |
| | | 356.0/165.5 | 5500 | 50 | 26 | 10 |
| OP4EO | 3.69 | 400.5/383.5* | 5500 | 70 | 23 | 10 |
| | | 400.5/271.5 | 5500 | 70 | 34 | 10 |
| OP5EO | 3.69 | 444.6/427.5 | 5500 | 74 | 24 | 10 |
| | | 444.6/315.4* | 5500 | 74 | 28 | 10 |
| OP6EO | 3.66 | 488.6/471.4* | 5500 | 90 | 27 | 10 |
| | | 488.6/359.4 | 5500 | 90 | 39 | 10 |
| OP7EO | 3.69 | 532.5/515.6* | 5500 | 95 | 29 | 10 |
| | | 532.5/133.4 | 5500 | 95 | 41 | 10 |
| OP8EO | 3.69 | 576.6/559.5* | 5500 | 100 | 29 | 10 |
| | | 576.5/447.4 | 5500 | 100 | 43 | 10 |

表 E.1 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的 LC-MS/MS 的滯留時間和多反應監測 (MRM)條件(續)

| 待測物 | 滯留時間 min | 定性和定量 離子對 <i>m/z</i> | 電噴霧電壓 (IS) V | 去簇電壓 (DP) V | 碰撞氣能量 (CE) V | 碰撞室出口 電壓(CXP) V |
|--------|-------------|----------------------------|--------------------|-------------------|--------------------|-----------------------|
| OP9EO | 3.69 | 620.7/603.4* | 5500 | 110 | 30 | 10 |
| | | 620.7/277.2 | 5500 | 110 | 44 | 10 |
| OP10EO | 3.68 | 664.6/647.5* | 5500 | 110 | 31 | 10 |
| | | 664.6/277.2 | 5500 | 110 | 45 | 10 |
| OP11EO | 3.64 | 708.7/691.5* | 5500 | 110 | 33 | 10 |
| | | 708.7/277.2 | 5500 | 110 | 48 | 10 |
| OP12EO | 3.44 | 752.8/735.6* | 5500 | 115 | 34 | 10 |
| | | 752.8/277.2 | 5500 | 115 | 50 | 10 |
| OP13EO | 3.44 | 796.8/779.6* | 5500 | 120 | 33 | 10 |
| | | 796.8/277.2 | 5500 | 120 | 50 | 10 |
| OP14EO | 3.29 | 840.8/823.6* | 5500 | 110 | 33 | 10 |
| | | 840.8/277.2 | 5500 | 110 | 48 | 10 |
| OP15EO | 3.26 | 884.8/867.6 | 5500 | 115 | 34 | 10 |
| | | 884.8/277.2* | 5500 | 115 | 50 | 10 |
| OP16EO | 3.24 | 929.0/911.7 | 5500 | 120 | 33 | 10 |
| | | 929/277.2* | 5500 | 120 | 50 | 10 |
| NP2EO | 4.16 | 326.3/183.0* | 5500 | 48 | 15 | 10 |
| | | 326.3/127.3 | 5500 | 48 | 18 | 10 |
| NP3EO | 4.16 | 370.3/353.3 | 5500 | 57 | 12 | 10 |
| | | 370.3/227.1* | 5500 | 57 | 17 | 10 |
| NP4EO | 4.13 | 414.4/397.4* | 5500 | 60 | 15 | 10 |
| | | 414.4/271.6 | 5500 | 60 | 22 | 10 |
| NP5EO | 4.13 | 458.5/441.3* | 5500 | 60 | 19 | 10 |
| | | 458.5/315.4 | 5500 | 60 | 25 | 10 |
| NP6EO | 4.13 | 502.5/485.6* | 5500 | 70 | 20 | 10 |
| | | 502.5/359.4 | 5500 | 70 | 25 | 10 |
| NP7EO | 4.10 | 546.5/529.5* | 5500 | 70 | 24 | 10 |
| | | 546.5/291.5 | 5500 | 70 | 32 | 10 |
| NP8EO | 4.10 | 590.6/573.5* | 5500 | 80 | 25 | 10 |
| | | 590.6/291.5 | 5500 | 80 | 35 | 10 |

表 E.1 烷基酚及烷基酚聚氧乙烯醚標準品的 LC-MS/MS 的滯留時間和多反應監測 (MRM)條件(續)

| 待測物 | 滯留時間 min | 定性和定量 離子對 <i>m/z</i> | 電噴霧電壓 (IS) V | 去簇電壓 (DP) V | 碰撞氣能量 (CE) V | 碰撞室出口 電壓(CXP) V |
|--------|-------------|----------------------------|--------------------|-------------------|--------------------|-----------------------|
| NP9EO | 4.10 | 634.8/617.6* | 5500 | 90 | 25 | 10 |
| | | 634.8/291.5 | 5500 | 90 | 35 | 10 |
| NP10EO | 4.07 | 678.5/661.5* | 5500 | 90 | 27 | 10 |
| | | 678.5/291.5 | 5500 | 90 | 39 | 10 |
| NP11EO | 4.07 | 722.6/705.7* | 5500 | 90 | 28 | 10 |
| | | 722.6/291.5 | 5500 | 90 | 40 | 10 |
| NP12EO | 4.13 | 766.9/335.3 | 5500 | 100 | 34 | 10 |
| | | 766.9/291.5* | 5500 | 100 | 42 | 10 |
| NP13EO | 4.13 | 810.8/793.4* | 5500 | 100 | 30 | 10 |
| | | 810.8/291.5 | 5500 | 100 | 45 | 10 |
| NP14EO | 4.10 | 854.8/837.5* | 5500 | 100 | 32 | 10 |
| | | 854.8/291.2 | 5500 | 100 | 47 | 10 |
| NP15EO | 4.10 | 898.8/881.6* | 5500 | 110 | 33 | 10 |
| | | 898.8/291.2 | 5500 | 110 | 49 | 10 |
| NP16EO | 4.13 | 942.9/925.5* | 5500 | 110 | 35 | 10 |
| | | 942.9/291.2 | 5500 | 110 | 50 | 10 |

備考：帶“*”為定量離子對。

ICS XXX

中華民國國家標準

CNS

織物熱逸散試驗法－改良式瞬態平面 熱源法 (MTPS)

Method of test for measurement of thermal
effusivity of fabrics using a modified
transient plane source (MTPS) instrument

CNS XXX:2022

中華民國 年 月 日制定公布
Date of Promulgation: - -

中華民國 年 月 日修訂公布
Date of Amendment: - -

本標準非經經濟部標準檢驗局同意不得翻印

目錄

| 節次 | 頁次 |
|--------------------------------|----|
| 前言 | 2 |
| 1. 適用範圍 | 3 |
| 2. 引用標準 | 3 |
| 3. 用語及定義 | 3 |
| 4. 熱逸散等級 | 4 |
| 5. 試驗方法 | 4 |
| 5.1 原理 | 4 |
| 5.2 裝置 | 4 |
| 5.3 測試準備 | 5 |
| 5.4 30 °C與 10 °C熱逸散差異率計算 | 6 |
| 6. 報告 | 6 |

前言

本標準係依標準法規定，經國家標準審查委員會審定，由主管機關公布之中華民國國家標準。

依標準法第四條之規定，國家標準採自願性方式實施。但經各該目的事業主管機關引用全部或部分內容為法規者，從其規定。

本標準並未建議所有安全事項，使用本標準前應適當建立相關維護安全與健康作業，並且遵守相關法規之規定。

本標準之部分內容，可能涉及專利權、商標權與著作權，主管機關及標準專責機關不負責任何或所有此類專利權、商標權與著作權之鑑別。

1. 適用範圍

- 1.1** 本規範適用在最低氣流流動及特定環境條件下，量測具智慧機能織物(如石墨烯等)在乾燥狀態 30 °C與 10 °C熱逸散差異率，以評估織物的熱逸散效果。
- 1.2** 本規範使用改良式瞬態平面熱源傳導儀，量測包含梭織、針織或不織布在最低氣流流動及特定環境條件下之熱逸散法，可廣泛適用於各種厚度，惟試樣厚度應大於量測時間內熱傳量之滲透深度。
- 1.3** 在標準或特定條件下感應器與被測試樣應在相同溫度下進行。此種試驗方法可應用於熱逸散值在(35~1,700) W·s^{1/2}/m²·K 範圍內的任何織物。
- 備考 1. 量測過程應在靜止空氣下，以確保不發生溫度變動。
- 備考 2. 本規範是從已知熱逸散的試樣在工廠級校準儀器比較得出。透過熱傳導率、密度及比熱的計算求得，以確定校準試樣的熱逸散。

2. 引用標準

下列標準因本標準所引用，成為本標準之一部分。下列引用標準適用最新版(包括補充增修)。

ASTM D7984 Standard Test Method for Measurement of Thermal Effusivity of Fabrics Using a Modified Transient Plane Source (MTPS) Instrument.

3. 用語及定義

下列用語及定義適用於本標準。

3.1 改良式瞬態平面熱源(Modified Transient Plane Source, MTPS)傳導儀

具有單側平面熱源，及垂直於熱源上設置隔熱環的一種裝置，該熱源及隔熱環同時與試樣的一側接觸，在短時間之熱脈衝進入於試樣內。隔熱環的作用是維持試樣一致之單向熱流量。

3.2 滲透深度(Penetration depth)

在表面處施加初始輻射熱量進入試樣的深度。為確保試樣中含有熱波，試樣的厚度應大於熱脈衝滲透深度。

3.3 熱逸散(Thermal effusivity)

此為一種描述測試平面與另一種接觸材料交換熱能之材料屬性，公式如下。兩種接觸材料的熱流動性決定了熱交換後接觸表面的溫度。

$$e = \sqrt{\lambda \cdot c_p \cdot \rho}$$

其中， e : 熱逸散 (thermal effusivity) [W·s^{1/2}/(m²·K)]

Λ : 熱傳導率 (thermal conductivity) [W/(m·K)]

C_p : 比熱(specific heat capacity)[J/(kg·K)]

ρ : 密度 (density)(kg/m³)

3.4 熱逸散差異率(thermal effusivity difference)

熱逸散在高溫(30 °C)相較於低溫(10 °C)下之差異，以百分率(%)表示， X =熱逸散差異率，%。

4. 熱逸散等級

| 等級 (Grade) | 30 °C與 10 °C熱逸散差異率 (%) | 說明 (Description) |
|---------------|---------------------------|---------------------|
| A | $5 \leq X < 10$ | 好(Good) |
| AA | $10 \leq X < 15$ | 很好(Very Good) |
| AAA | $15 \leq X$ | 優良(Excellent) |

5. 試驗方法

5.1 原理

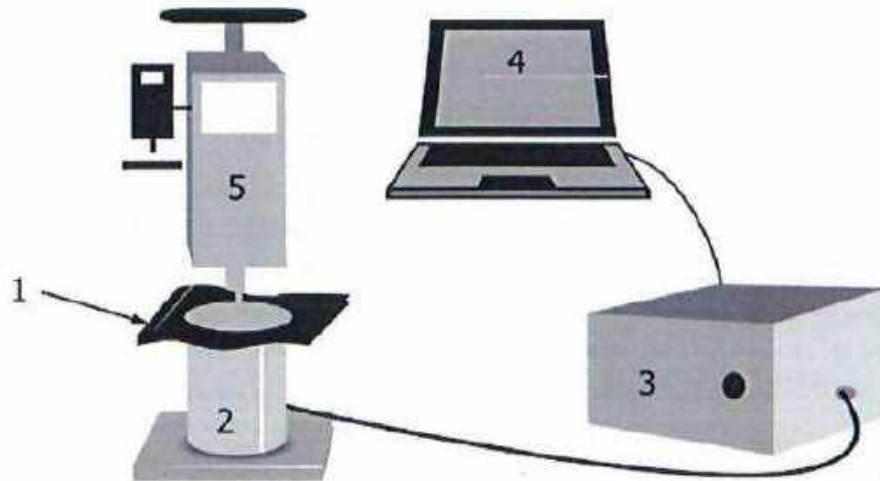
改良式瞬態平面熱源傳導儀提供一個瞬間之熱脈衝於試樣表面，當熱流量以一維熱擴散方式進入試樣中時，熱脈衝會使試樣表面溫度提升。隨著時間變化，材料之表面溫度提升多寡可決定其熱逸散量。表面溫度提升程度與試樣之熱逸散量為反比關係。

備考 1. 本規範方法量測加熱元件和織物試樣之間的熱傳導率。織物的一些舒適性質與初始熱感覺有關(即初次接觸時的冷感或溫熱感)，其中較低的熱逸散值表示感覺較為溫暖；反之表示感覺較為涼爽。

5.2 裝置

改良式瞬態平面熱源傳導儀：如圖 1 所示，提供瞬態平面熱源功能所需的基本設備包括：

- 加熱器：向試樣提供足以使試樣表面溫度增加 1 °C~3 °C的熱脈衝。
- 溫度感應器：提供 ± 0.01 °C內顯示可讀取的試樣表面溫度值。
- 溫度控制程式：提供 1sec~3sec 的功率脈衝，使表面溫度增加 1 °C~3 °C。
- 隔熱環：確保單向熱流垂直於試樣受熱表面。
- 數據擷取器：提供每秒 20 個數據點或更高的數據擷取速率、儲存及顯示量測或計算信號之儀器。輸出信號需有溫度或上升溫度及時間。
- 加壓裝置：對試樣施加 21.6 kPa 的固定壓力，以確保試樣與加熱器及溫度感應器直接接觸。



說明

- 1 試樣
- 2 加熱器與溫度感應器
- 3 控制器
- 4 數據擷取器
- 5 加壓裝置

圖 1 改良式瞬態平面熱源傳導儀配置圖例

5.3 測試準備

5.3.1 試樣準備

剪下試樣使感應器區域能完全覆蓋，從每個樣品中取出 5 個試樣進行測試，試樣直徑 >17 mm，試樣厚度 >1.0 mm 以便在試驗期間熱波動不會超過最大測試滲透深度 1.0 mm，該厚度確保織物處於熱逸散範圍的最高點，且量測期間織物之熱流量滲透深度能維持在織物厚度內。

5.3.2 量測環境設置

- (a) 試驗條件依 ASTM D1776 之規定。
- (b) 依 ASTM D1776 表一規定或特定條件下以濕氣平衡狀態下進行試驗，將感應器及試樣置於相同位置後，使溫度感應器與試樣的溫度一致。

5.3.3 試驗步驟

- (a) 將足夠的織物試樣層放置在熱源表面上將熱源完全覆蓋，並且總厚度超過 1.0 mm。若厚度未達 1.0 mm，將上層與下層的每一個織物旋轉大約 30° ，使層與層之間的織物無對齊。
- (b) 於熱源之織物層上方施加 21.6 kPa 的壓力以確保與熱源緊密接觸。
- (c) 進行試驗：為熱源與隔熱環提供恆定的瞬間功率脈衝，於 1 sec~3 sec 內在試樣表面發生 $1^\circ\text{C}\sim 3^\circ\text{C}$ 的溫升。
- (d) 記錄熱逸散值。

- (e) 讓試樣與設備調節至試驗環境條件。
- (f) 對每個試樣重複步驟(1)至(5)的熱逸散試驗 3 次。
- (g) 將其餘 4 個試樣重複步驟(1)至(6)。
- (h) 以 5 個試樣的平均數據計算織物樣品的平均熱逸散值及標準偏差。

5.4 30 °C與 10 °C熱逸散差異率計算

5.4.1 以 4.3.3 試驗方法，放置於 30 °C與 10 °C恆定溫度之恆溫恆濕控制室測試，獲取各別環境下之平均熱逸散值。

5.4.2 計算兩環境之熱逸散差異率，公式如下：

$$X =$$

其中：e30 = 30 °C環境下之平均熱逸散值

e10 = 10 °C環境下之平均熱逸散值

6.報告

測試報告應包括下列各項

- 6.1 測試織物的識別。
- 6.2 測試環境的溫度及相對濕度。
- 6.3 感應器平衡時溫度。
- 6.4 放置在感應器上每個試樣之正面或反面。
- 6.5 每個試樣的熱逸散值、平均熱逸散值和試樣的標準偏差。
- 6.6 施加於試樣的壓力。依據國家或國際標準

參考資料

ASTM D1776 Practice for Conditioning and Testing Textiles