

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3587—2016
代替 SN/T 3587—2013

进出口纺织品 酰胺类有机溶剂残留量 的测定 气相色谱-质谱法

Textiles for import and export—Determination of residual admides solvent—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2016-06-28 发布

2017-02-01 实施



中华人民共和国 发布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 3587—2013《进出口纺织品中 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺的测定 气质联用法》。本标准与 SN/T 3587—2013 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 标准名称修订为《进出口纺织品 酰胺类有机溶剂残留量的测定 气相色谱-质谱法》;
- 标准适用范围由 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺扩展到 5 种酰胺类有机溶剂;
- 样品溶液的制备步骤由甲醇代替二氯甲烷作为提取溶剂;
- 删除了检测方法中的净化步骤;
- 增加了回收率;
- 增加了试验报告;
- 增加了资料性附录 A 酰胺类化合物的参考定性离子和定量离子。

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。

本标准主要起草人:谢堂堂、林君峰、邓银舟、王成云、李燕华、李丽霞、褚乃清、唐莉纯、施钦元。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN/T 3587—2013。

进出口纺织品 酰胺类有机溶剂残留量 的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了纺织品中 5 种酰胺类有机溶剂(参见附录 A)残留量的气相色谱-质谱检测方法。
本标准适用于各种纺织材料及其产品中 5 种酰胺类有机溶剂残留量的测定。

2 原理

样品经甲醇超声提取,浓缩定容后,样液用气相色谱-质谱联用仪测定,采用全扫描检测进行定性,用选择离子进行外标法定量。

3 试剂与材料

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 5 种酰胺标准物质:纯度 $\geq 95\%$,参见附录 A。

3.3 标准储备液:分别准确称取适量的酰胺标准物质(3.2),分别用甲醇(3.1)配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液,装于棕色瓶中。

注:标准储备液在 0℃~4℃ 冰箱中避光保存,有效期 3 个月。

3.4 系列标准工作溶液:根据需要准确移取一定体积的标准储备液(3.3),用甲醇(3.1)稀释成适当浓度的系列混合标准工作溶液。

注:标准工作溶液现配现用。不同仪器不同工作条件下测定的线性范围有所不同,5 种酰胺类化合物标准溶液浓度范围在 0.1 mg/L~5 mg/L 的线性被证明可以满足要求。

3.5 滤膜:有机相针式,0.45 μm 。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击电离源(EI)。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

4.3 超声波提取器。

4.4 旋转蒸发仪。

4.5 具塞萃取管:100 mL。

4.6 浓缩瓶:100 mL。

5 分析步骤

5.1 样品溶液的制备

取代表性样品,将其剪碎至 5 mm \times 5 mm 以下,混匀。准确称取上述试样 1.0 g,精确至 0.01 g,置于 100 mL 具塞萃取管(4.5)中,加入 25 mL 甲醇(3.1),于 45℃ 条件下超声提取 30 min,收集所有提取

液,残渣用 25 mL 甲醇(3.1)重复提取一次,合并提取液于 100 mL 浓缩瓶(4.6)中,浓缩瓶置于旋转蒸发仪(4.4)上,于 40 °C 水浴中缓慢浓缩至近干,再用缓氮气流吹干。用 2 mL 甲醇(3.1)定容,取部分样液经有机滤膜(3.5)过滤,供气相色谱-质谱仪分析用。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱/质谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。下面给出的操作参数已被证明是可行的,仅作为测定时的参考。

- a) 色谱柱:DB-624 石英毛细管柱,30 m×0.25 mm(内径)×1.40 μm(膜厚),或相当者;
- b) 柱温:60 °C(3 min) $\xrightarrow{20\text{ °C/min}}$ 100 °C(3 min) $\xrightarrow{50\text{ °C/min}}$ 220 °C(2 min);
- c) 进样口温度:230 °C;
- d) 质谱接口温度:280 °C;
- e) 离子源温度:220 °C;
- f) 四级杆温度:150 °C;
- g) 电离方式:EI;
- h) 电离能量:70 eV;
- i) 进样量:1.0 μL;
- j) 进样方式:脉冲分流进样,分流比为 20:1;
- k) 载气:氦气(纯度≥99.999%),流量 0.8 mL/min;
- l) 溶剂延迟:3 min;
- m) 测定方式:全扫描(SCAN)和选择离子扫描(SIM)同时进行,选择离子参见附录 A。

5.2.2 气相色谱/质谱定性和定量分析

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和待测样液中酰胺类化合物的响应值应均在仪器检测的线性范围内。标准工作溶液与样液等体积穿插进样测定。

本标准采用全扫描模式定性,选择离子监测模式定量。定性离子和定量离子的选择参见附录 A。标准溶液及样液均按 5.2.1 规定的条件进行测定,如果样液中与标准溶液相同的保留时间有峰出现,则对其选择离子进行确证。经确证分析被测物色谱峰保留时间与标准物质相一致,并且在扣除背景后的样品谱图中,参考定性离子均出现;同时定性离子的丰度比与标准物质的定性离子的相对丰度一致,被确证的样品可判定为检出。参考附录 A 中的定量离子,采用外标法进行定量。酰胺类标准物质气相色谱-质谱色谱图参见附录 B。

6 结果计算

按式(1)计算试样中酰胺类化合物的含量:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i —— 试样中酰胺类化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i —— 样液中酰胺类化合物的峰面积(或峰高);

c_i —— 标准工作液中酰胺类化合物的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

A_{is} —— 标准工作液中酰胺类化合物的峰面积(或峰高);

V ——样液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果以各种酰胺类化合物的检测结果分别表示,计算结果表示到小数点后一位。低于测定低限时,试验结果为未检出。

7 测定低限

本方法的测定低限为 1.0 mg/kg。

8 回收率

在试样中定量加入适当已知浓度的标准溶液,按 5.2.1 进行回收率分析。5 种酰胺类化合物的回收率为 80%~110%。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备、按相同的测试方法,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 10%,以 95%的置信度为前提。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 样品来源及描述;
- b) 使用的标准;
- c) 使用的测试方法;
- d) 测试结果;
- e) 任何偏离本标准的细节。

附 录 A
(资料性附录)

酰胺类化合物的参考定性离子和定量离子

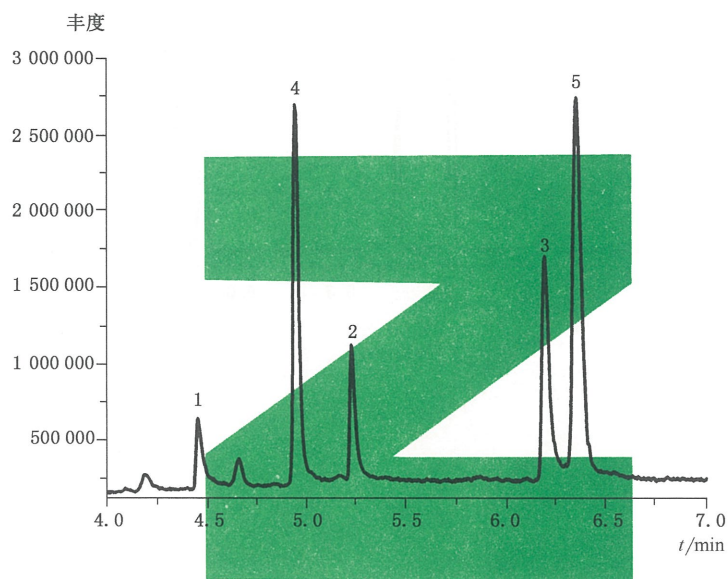
表 A.1 酰胺类化合物的参考定性离子和定量离子

化合物	英文名称	化学文摘编号 (CAS号)	特征碎片离子 m/z		
			定量离子	定性离子	丰度比
甲酰胺	Formamide	75-12-7	45	45 : 44 : 43 : 42	999 : 248 : 108 : 18
<i>N</i> -甲基甲酰胺	<i>N</i> -Methylacetamide	123-39-7	59	59 : 58 : 41 : 60	999 : 80 : 30 : 30
<i>N</i> -甲基乙酰胺	<i>N</i> -Methylformamide	79-16-3	73	73 : 43 : 58 : 42	999 : 920 : 560 : 192
<i>N,N</i> -二甲基甲酰胺	<i>N,N</i> -Dimethylformamide	68-12-2	73	73 : 44 : 42 : 43	999 : 887 : 422 : 114
<i>N,N</i> -二甲基乙酰胺	<i>N,N</i> -Dimethylacetamide	127-19-5	44	44 : 43 : 87 : 42	999 : 479 : 321 : 232

附录 B

(资料性附录)

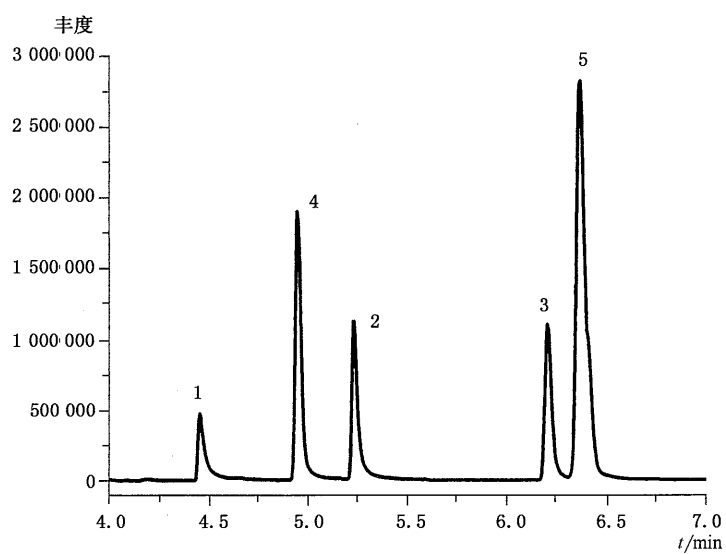
酰胺类标准物质的气相色谱-质谱色谱图



说明:

- 1——甲酰胺;
- 2——*N*-甲基甲酰胺;
- 3——*N*-甲基乙酰胺;
- 4——*N,N*-二甲基甲酰胺;
- 5——*N,N*-二甲基乙酰胺。

图 B.1 酰胺类标准物质的总离子流色谱图



说明:

- 1——甲酰胺;
- 2——*N*-甲基甲酰胺;
- 3——*N*-甲基乙酰胺;
- 4——*N,N*-二甲基甲酰胺;
- 5——*N,N*-二甲基乙酰胺。

图 B.2 酰胺类标准物质的选择离子色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纺织品 酰胺类有机溶剂残留量
的测定 气相色谱-质谱法
SN/T 3587—2016

*

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

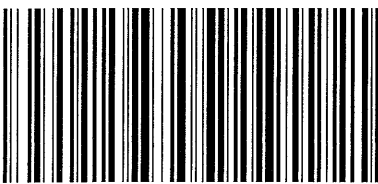
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2017年3月第一版 2017年3月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066·2-31138 定价 16.00 元



SN/T 3587-2016