



中华人民共和国国家标准

GB/T 28190—2011

纺织品 富马酸二甲酯的测定

Textiles—Determination of dimethyl fumarate

2011-12-30 发布

2012-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织品 富马酸二甲酯的测定

GB/T 28190—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44315 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分技术委员会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位:中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、浙江省检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人:李彬、吴刚、刘丽、赵珊红、任聪、吴景武、陈美容、刘志红、余淑媛、宋保靓。

纺织品 富马酸二甲酯的测定

警告: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。

1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质谱法(GC-MS)测定纺织品中富马酸二甲酯含量的方法。
本标准适用于各种类型的纺织产品。

2 原理

采用乙酸乙酯对试样中的富马酸二甲酯进行超声提取,提取液经浓缩、定容和过滤后,用气相色谱-质谱法(GC-MS)进行测定和确证,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 除非另有说明,在分析中所用试剂均为分析纯。

3.2 乙酸乙酯:经 5 Å 分子筛脱水处理。5 Å 分子筛放在 500 °C 马福炉中灼烧 2 h,待炉温降至 100 °C 以下,取出放入装有无水硅胶的干燥器中冷却后,以 250 g/500 mL 的比例加入至刚启封的乙酸乙酯中,静置 24 h 后备用。

3.3 富马酸二甲酯标准品(dimethyl fumarate,CAS 登录号 624-49-7);纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 标准储备溶液:称取适量的富马酸二甲酯标准品(3.3),用乙酸乙酯(3.2)配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

注:在 4 °C 冰箱中避光保存条件下,标准储备溶液的有效期为 12 个月。

3.5 标准工作溶液:根据需要,将标准储备溶液用乙酸乙酯(3.2)稀释成适当浓度的标准工作溶液。

注:在 4 °C 冰箱中避光保存条件下,标准工作溶液的有效期为 3 个月。

4 设备和仪器

4.1 气相色谱-质谱联用仪:带 EI 源。

4.2 超声波发生器:工作频率为 40 kHz。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 分析天平,精度 0.000 1 g。

4.5 具塞锥形瓶:100 mL。

4.6 圆底烧瓶:250 mL。

4.7 有机相过滤膜:0.45 μm 。

5 分析步骤

5.1 提取

选取代表性样品,剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀后从中称取 2 g,精确至 0.01 g,置于具塞锥形瓶

(4.5)中,加入 40 mL 乙酸乙酯(3.2),于常温下在超声波发生器(4.2)中萃取 30 min,将萃取液转移至圆底烧瓶(4.6),再用 40 mL 乙酸乙酯(3.2)对锥形瓶中样品重复提取 10 min,合并两次萃取液,然后用 20 mL 乙酸乙酯(3.2)洗涤残渣,并入萃取液中。在旋转蒸发仪(4.3)上于(40±2)℃浓缩至近 1 mL,用氮气吹至近干,然后用乙酸乙酯(3.2)定容至 2.0 mL。溶液经有机相过滤膜(4.7)过滤后,作为样液供气相色谱-质谱测定。

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。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:DB-WAX 柱,30 m×0.25 mm(i. d.)×0.25 μm,或相当者;
- b) 进样口温度:240℃;
- c) 色谱-质谱接口温度:250℃;
- d) 进样方式:不分流进样,1 min 后开阀;
- e) 载气:氮气,纯度≥99.999%;控制方式:恒流,流速:1.0 mL/min;
- f) 柱温:50℃(1 min) $\xrightarrow{10\text{℃/min}}$ 150℃(3 min) $\xrightarrow{20\text{℃/min}}$ 245℃(5 min);
- g) 进样量:1 μL;
- h) 离子源:EI 源;
- i) 电离能量:70 eV;
- j) 测定方式:选择离子监测模式,定性和定量选择离子的选择参见表 1;

表 1

物质名称	参考保留时间 min	特征碎片离子 amu		丰度比
		定量离子	定性离子	
富马酸二甲酯	11.30	113	113,85,114	100 : 58 : 20

- k) 四极杆温度:150℃;
- l) 离子源温度:230℃;
- m) 溶剂延迟时间:6 min.

5.2.2 气相色谱-质谱分析及阳性结果确证

根据样液中被测物质含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液,对标准工作溶液与样液等体积参插进样测定,标准工作溶液和待测样液中富马酸二甲酯的响应值均应在仪器的线性范围内。

如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据表 1 中的特征碎片离子及其丰度比进行确证。

注 1:在上述色谱条件下,富马酸二甲酯标准物的参考保留时间见表 1,气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 A。

注 2:如果样液的检测响应值超出仪器检测的线性范围,可适当稀释后测定。

5.3 空白试验

除不加试样外,按 5.2 的测定步骤进行。

6 结果计算

试样中富马酸二甲酯的含量按式(1)计算,计算结果表示到小数点后一位。

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——样品中的富马酸二甲酯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A ——试样提取液中富马酸二甲酯的峰面积(扣除空白);
- c_s ——标准工作溶液中富马酸二甲酯的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试样定容的体积,单位为毫升(mL);
- A_s ——标准工作溶液中富马酸二甲酯的峰面积;
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

7 测定低限和精密度

7.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.1 mg/kg。

7.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,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之差的绝对值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

8 试验报告

试验报告至少应给出下述内容:

- a) 样品来源及描述;
- b) 采用的仪器和标准;
- c) 试验结果;
- d) 试验日期;
- e) 任何偏离本标准的细节。

附录 A
(资料性附录)

富马酸二甲酯标准物质的选择离子色谱图和质谱图

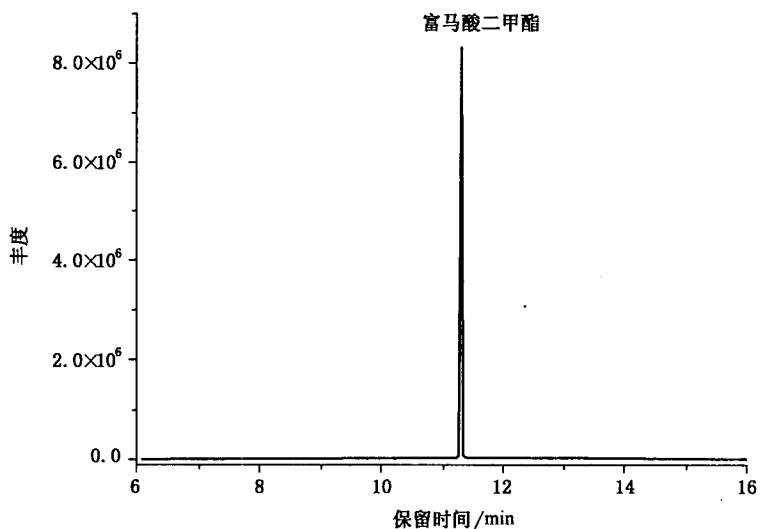


图 A.1 富马酸二甲酯标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱

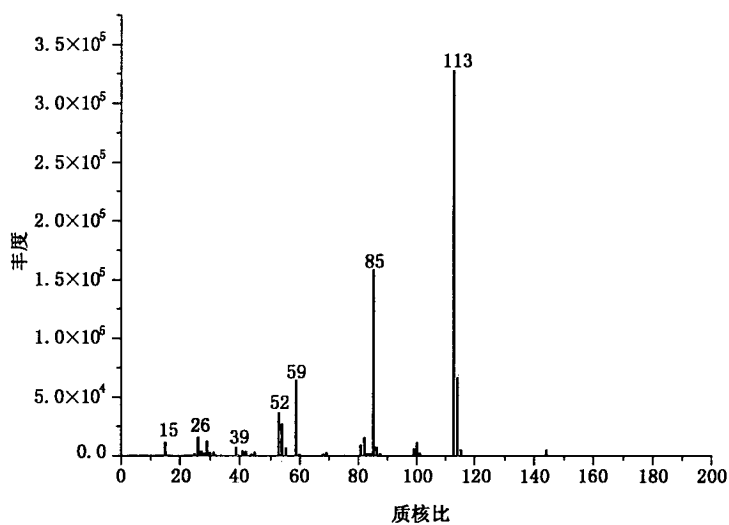


图 A.2 富马酸二甲酯标准物质的质谱图



GB/T 28190-2011

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-44315

定价: 14.00 元