

ICS 59.140.30
Y 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 38401—2019

皮革和毛皮 化学试验 二甲基甲酰胺含量的测定

Leather and fur—Chemical tests—Determination of dimethyl formamide content

2019-12-31 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

订单号: 0100201030070486 防伪编号: 2020-1030-0313-0148-5877 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国皮革工业标准化技术委员会(SAC/TC 252)归口。

本标准起草单位:国家皮革质量监督检验中心(浙江)、浙江通天星集团股份有限公司、嘉兴学院、嘉兴市箱包行业协会、浙江盛汇化工有限公司、中国皮革制鞋研究院有限公司、广东新虎威实业投资有限公司。

本标准主要起草人:孙霞、徐祥进、马贺伟、孙冬、步巧巧、朱安甫、施继红、姜德云、郑建棠。

北京中培质联 专用

订单号: 0100201030070486 防伪编号: 2020-1030-0313-0148-5877 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

皮革和毛皮 化学试验

二甲基甲酰胺含量的测定

1 范围

本标准规定了皮革、毛皮及其制品中二甲基甲酰胺含量的气相色谱-质谱测定方法。
本标准适用于各种皮革、毛皮及其制品中二甲基甲酰胺含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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
QB/T 1267	毛皮 化学、物理和机械、色牢度试验 取样部位
QB/T 1272	毛皮 化学试验样品的准备
QB/T 1273	毛皮 化学试验 挥发物的测定
QB/T 2706	皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位
QB/T 2716	皮革 化学试验样品的准备
QB/T 2717	皮革 化学试验 挥发物的测定

3 原理

在超声波作用下,用甲醇萃取出试样中的二甲基甲酰胺,将萃取液通过膜过滤净化处理后用气相色谱-质谱联用仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 一般规定:除非另有说明,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 二甲基甲酰胺标准品(CAS No.:68-12-2):纯度 $\geq 99.5\%$,参见附录 A。
- 4.4 标准储备溶液:称取适量的二甲基甲酰胺标准品,用甲醇(4.2)配制成质量浓度为 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液。
- 4.5 标准工作溶液:根据需要,用甲醇(4.2)将标准储备溶液(4.4)稀释至适当浓度的标准工作溶液。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平:精度 0.1 mg 。
- 5.2 超声波发生器:有控温装置。
- 5.3 可密封的萃取瓶: 100 mL 。
- 5.4 有机滤膜: $0.45 \mu\text{m}$ 。

5.5 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。

6 试验步骤

6.1 取样

6.1.1 标准部位取样

皮革:按 QB/T 2706 的规定进行。

毛皮:按 QB/T 1267 的规定进行,取样过程应避免毛被损失,保持毛被完好。

6.1.2 非标准部位取样

如果不能从标准部位取样(如鞋、服装),应在可利用面积内的任意部位取样,试样应具有代表性,并在试验报告中注明。

6.2 试样的制备

皮革按 QB/T 2716 的规定进行,毛皮按 QB/T 1272 的规定进行。

6.3 分析液的测定

称取 1.0 g 的试样(精确至 0.1 mg),置于 100 mL 萃取瓶(5.3)中,准确加入 25 mL 甲醇(4.2),密封后置于超声波发生器(5.2)中萃取 1 h,萃取过程中温度不超过 50 °C。萃取液冷却至室温后,经滤膜(5.4)过滤后,用气相色谱-质谱联用仪进行测定。

注:若试样中二甲基甲酰胺的浓度超出标准工作曲线的浓度范围时,可稀释后重新测定。

6.4 气相色谱-质谱(GC/MS)条件(推荐)

6.4.1 气相色谱条件

进样系统:不分流。

载气:氦气。

进样量:1 μ L。

毛细管色谱柱:极性毛细管色谱柱,如 DB-WAX 或相当者。

气体流量:1.0 mL/min。

进样口温度:200 °C。

色谱质谱接口温度:230 °C。

柱温:50 °C 保持 1 min,10 °C/min 升温至 120 °C,保持 2 min,20 °C/min 升温至 200 °C,保持 5 min。

6.4.2 质谱条件

电离方式:EI。

电离能量:70 eV。

检测方式:选择离子监测 SIM, $m/z=73$ 。

质量扫描范围:50 amu~150 amu。

离子源温度:230 °C。

四级杆温度:150 °C。

溶剂延迟:3 min。

6.5 标准工作曲线制作

用甲醇(4.2)配制不少于5个质量浓度在0.2 μg/mL~20.0 μg/mL范围内的二甲基甲酰胺标准工作溶液(4.5),滤膜(5.4)过滤后用气相色谱-质谱联用仪进行测定。根据峰面积和浓度的对应关系,绘制标准工作曲线。

6.6 测定结果阳性确证

根据分析液中被测量物含量情况,配制浓度相近的标准工作溶液,按照6.5操作,分别对标准工作溶液与分析液等体积参插进样测定。响应值均应在仪器检测的线性范围内。

注:在6.4中气相色谱-质谱条件下,二甲基甲酰胺的选择离子色谱图、气相色谱-质谱图参见附录B。

如果分析液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同的保留时间有色谱峰出现,则参照附录B中选择离子的种类及丰度比进行阳性确证。

7 结果计算和表述

7.1 二甲基甲酰胺含量的计算

试样中二甲基甲酰胺的含量按照式(1)进行计算。

$$w_D = \frac{\rho_i \times V}{m} \times \beta \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w_D —— 试样中二甲基甲酰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg),精确至0.1 mg/kg;

ρ_i —— 从工作曲线中查得的二甲基甲酰胺含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

V —— 定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g);

β —— 稀释倍数,标准规定条件下为1。

7.2 试样中二甲基甲酰胺含量(以绝干质量计)的换算

试样中二甲基甲酰胺的含量(以绝干质量计)按照式(2)进行计算。

$$w_{D-dry} = w_D \times D \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_{D-dry} —— 试样中二甲基甲酰胺的含量(以绝干质量计),单位为毫克每千克(mg/kg),精确至0.1 mg/kg;

w_D —— 试样中二甲基甲酰胺的含量[由式(1)计算获得],单位为毫克每千克(mg/kg);

D —— 换算系数。

其中, D 的计算见式(3):

$$D = \frac{100}{100 - w_v} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_v —— 按QB/T 1273或QB/T 2717测得的试样中的挥发物含量,%。

7.3 结果的表述

试样中的二甲基甲酰胺含量以两次平行试验结果的算术平均值作为结果,两次平行试验结果的差值与平均值之比应不大于10%。

若测试结果以试样绝干质量为基准,应注明试样中的挥发物含量(%),精确至 0.1%。
本方法的检测限为 5.0 mg/kg。

8 方法的可靠性

方法的可靠性以加标回收率表示,二甲基甲酰胺的回收率为 90%~110%。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 本标准编号;
- b) 试样名称、编号、类型、厂家(或商标);
- c) 试验试样的说明和包装方法;
- d) 试样中的二甲基甲酰胺含量(mg/kg),精确至 0.1 mg/kg;
- e) 若测试结果以试样绝干质量为基准,应注明试样中的挥发物含量(%),精确至 0.1%;
- f) 试验中出现的异常现象;
- g) 与本标准规定的方法的任何偏离。

北京中培质联 专用

附录 A
(资料性附录)

二甲基甲酰胺的中英文名称、CAS 号和特征离子等相关信息

二甲基甲酰胺的相关信息见表 A.1。

表 A.1 二甲基甲酰胺的中英文名称、CAS 号和特征离子等相关信息

中文名称	英文名称	化学文摘号 (CAS 号)	化学结构式	化学 分子式	相对分子 质量	特征碎片离子/amu	
						定量	定性
二甲基甲酰胺; N,N-二甲基甲酰胺	Dimethyl formamide 缩写为 DMFo	68-12-2	$\begin{array}{c} \text{H}_3\text{C} \\ \diagdown \\ \text{N}-\text{CH}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{H}_3\text{C} \end{array}$	$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$	73.1	73	73, 72, 74, 58

北京中培质联 专用

附录 B
(资料性附录)

二甲基甲酰胺的 GC-MS 选择离子色谱图及质谱图

二甲基甲酰胺的 GC-MS 选择离子色谱图及质谱图见图 B.1 和图 B.2。

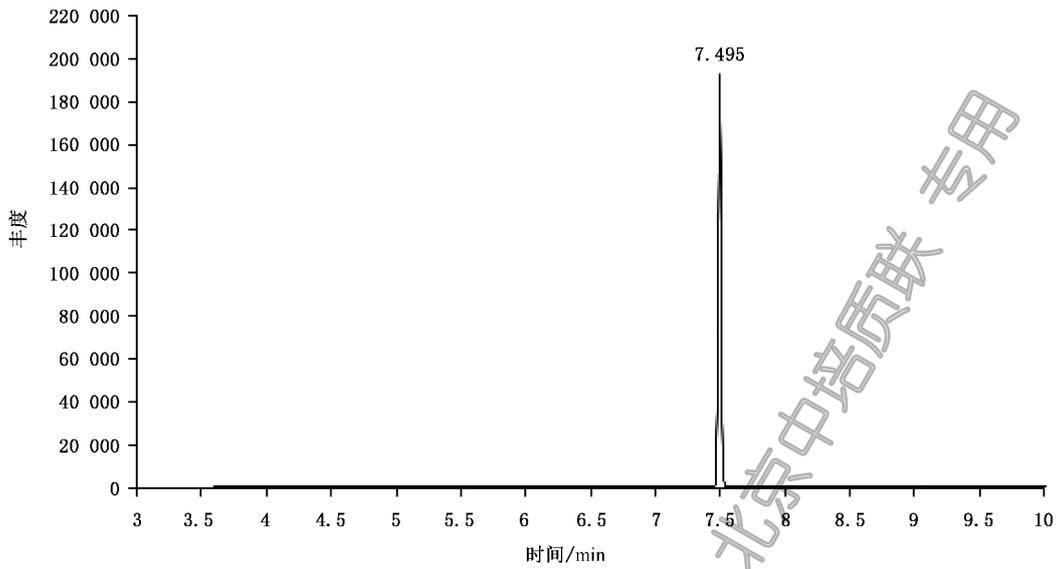


图 B.1 二甲基甲酰胺 GC-MS 选择离子色谱图

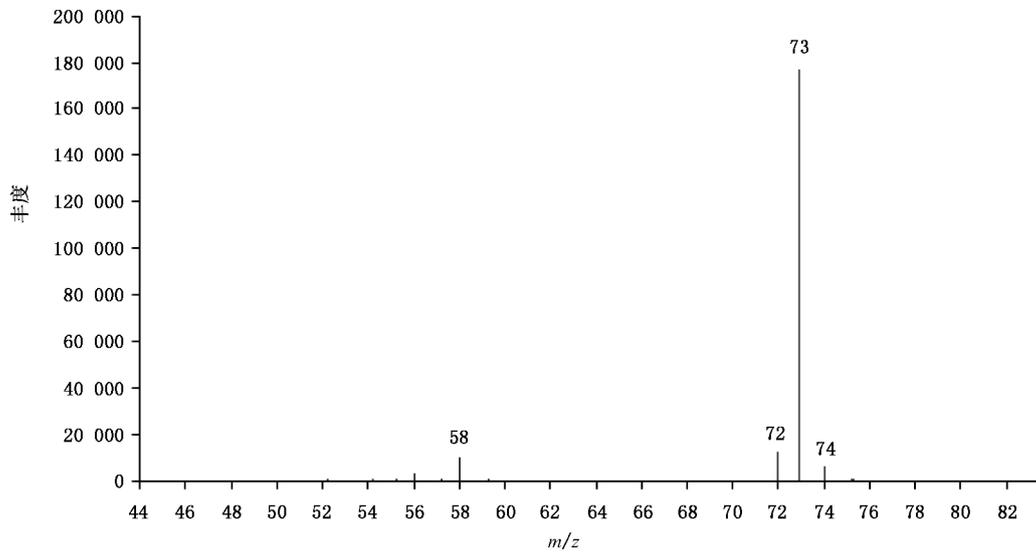


图 B.2 二甲基甲酰胺气相色谱-质谱图

订购号: 0100201030070486 防伪编号: 2020-1030-0313-0148-5877 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 38401-2019
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100201030070486
防伪号: 2020-1030-0313-0148-5877
时 间: 2020-10-30
定 价: 21元



GB/T 38401-2019

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

皮革和毛皮 化学试验
二甲基甲酰胺含量的测定

GB/T 38401—2019

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年12月第一版

*

书号: 155066·1-64112

版权专有 侵权必究