



中华人民共和国国家标准

GB/T 38409—2019

皮革 化学试验 *N*-甲基吡咯烷酮(NMP) 和 *N*-乙基吡咯烷酮(NEP)的测定

Leather—Chemical tests—Determination of *N*-methyl-2-pyrrolidone(NMP)
and *N*-ethyl-2-pyrrolidone (NEP) content

[ISO 19070:2016, Leather—Chemical determination of *N*-methyl-2-pyrrolidone
(NMP) in leather, MOD]

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

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 38409-2019
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100201030070489
防伪号: 2020-1030-0315-5212-9551
时 间: 2020-10-30
定 价: 19元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
皮革 化学试验 *N*-甲基吡咯烷酮(NMP)
和 *N*-乙基吡咯烷酮(NEP)的测定
GB/T 38409—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: 155066·1-64044

版权专有 侵权必究

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。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 19070:2016《皮革 皮革中 N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)的化学测定》。

本标准与 ISO 19070:2016 相比,在结构上有较多调整,附录 A 给出了本标准与 ISO 19070:2016 的章条编号对照一览表。

与 ISO 19070:2016 相比,本标准进行了以下技术性修改:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 增加引用了 GB/T 6682;
- 用修改采用国际标准的 QB/T 2716 代替了 ISO 4044;
- 删除了 ISO 2418。

——调整了 ISO 19070:2016 中“3 原理”的表述,更加符合我国习惯。

——将 ISO 19070:2016 中“5.4 微量移液管”调整为“5.4 合适的移液装置”,便于操作。

——将 ISO 19070:2016 中“6.1.1 NMP 标准储备液”调整并修改为“4.5 NMP、NEP 混合标准储备液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)”,同时增加了储备液的储存规定和有效期,便于理解和使用。

——“6.1 标准工作曲线的绘制”中增加了浓度为 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液,使标准曲线涵盖的浓度范围更加合理。

——删除了 ISO 19070:2016“6.3 萃取程序”中“滤液应在 24 h 内完成测试”的重复规定,将萃取时间由“(1.0 \pm 0.1)h”调整为“(60 \pm 2)min”,将冰箱温度由“(4 \pm 2) $^{\circ}\text{C}$ ”调整为“0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ ”,与我国同类标准保持一致。

——将 ISO 19070:2016 中“附录 A 色谱分析”调整为“6.4 气相色谱-质谱(GC/MS)条件(推荐)”,并进一步细化了参数。

——对 ISO 19070:2016“8 计算”中计算公式进行了适当调整,便于理解和使用。

——将 ISO 19070:2016 中“9 方法的性能”调整至本标准的“8 结果的计算与表示”中,并删除了 ISO 19070:2016 中关于检出限应满足相关法律、法规要求的表述。

——删除了 ISO 19070:2016 中“10 试验报告”中对“b) 试验日期”和“c) 试验过程中所有需要记录的细节”的要求,更加符合我国实际。

本标准做了下列编辑性修改:

——将标准名称修改为“皮革 化学试验 N-甲基吡咯烷酮(NMP)和 N-乙基吡咯烷酮(NEP)的测定”。

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:四川大学、中国皮革制鞋研究院有限公司、泰仕特仪器(福建)有限公司、四川出入境检验检疫局检验检疫技术中心、浙江通天星集团股份有限公司、广东新虎威实业投资有限公司。

本标准主要起草人:林炜、桑军、俞凌云、胡锦涛、张文华、杨顺、章文福、任可帅。

订单号: 0100201030070489 防伪编号: 2020-1030-0315-5212-9551 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

皮革 化学试验 *N*-甲基吡咯烷酮(NMP) 和 *N*-乙基吡咯烷酮(NEP)的测定

1 范围

本标准规定了皮革及其制品中 *N*-甲基吡咯烷酮(NMP)和 *N*-乙基吡咯烷酮(NEP)的测定方法。
本标准适用于各种皮革及其制品中 NMP 和 NEP 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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

QB/T 2716 皮革 化学试验样品的准备(QB/T 2716—2018,ISO 4044:2008,MOD)

3 原理

在规定条件下,使用丙酮超声萃取试样,所得到的萃取液通过气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)分析,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 丙酮,色谱纯。

4.3 *N*-甲基吡咯烷酮标准品(CAS No.872-50-4),纯度 $\geq 99.5\%$

4.4 *N*-乙基吡咯烷酮标准品(CAS No.2687-91-4),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

4.5 NMP、NEP 混合标准储备液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$),分别准确称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)NMP 和 NEP 标准品于 100 mL 容量瓶(5.6)中,用丙酮(4.2)定容至刻度。避光保存,可储存 1 个月。

5 仪器和设备

5.1 分析天平,精度 0.1 mg。

5.2 可密封的萃取瓶,约 20 mL,适用于丙酮 50 $^{\circ}\text{C}$ 下的萃取。

5.3 超声波水浴(可控温)。

5.4 合适的移液装置,50 μL 、100 μL 。

5.5 移液管,0.5 mL、5 mL。

5.6 容量瓶,100 mL。

5.7 气相色谱仪,配有质量选择器 MSD。

5.8 聚酰胺过滤膜,0.45 μm 。

5.9 试样瓶,配有聚四氟乙烯(PTFE)塞。

6 试验步骤

6.1 标准工作曲线的绘制

按照表 1 的规定配制五个不同质量浓度的标准溶液用于标准曲线的绘制,全部使用 100 mL 容量瓶,用丙酮(4.2)定容至刻度。分别以色谱峰面积和已知的混合标准工作溶液质量浓度为纵坐标(y)和横坐标(x),绘制标准工作曲线。

表 1 标准溶液的配制

标准溶液	NMP、NEP 混合标准储备液(4.5)的体积	NMP、NEP 混合标准溶液的质量浓度
1	0.05 mL	0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$
2	0.1 mL	1 $\mu\text{g}/\text{mL}$
3	0.5 mL	5 $\mu\text{g}/\text{mL}$
4	1 mL	10 $\mu\text{g}/\text{mL}$
5	5 mL	50 $\mu\text{g}/\text{mL}$

6.2 试样的制备

按 QB/T 2716 的规定进行,将试样剪碎至边长为 2 mm~3 mm 的小块。试样不进行空气调节。

6.3 萃取步骤

称取约 1 g(精确至 0.1 mg)试样,加入到萃取瓶(5.2)中,用移液管加入 10 mL 丙酮(4.2),密封后置于(50±2)°C 超声波水浴(5.3)中,在超声作用下萃取(60±2)min,然后冷却至室温,萃取液经 0.45 μm 滤膜过滤至试样瓶(5.9)中,盖紧塞子。如不能及时分析测试,应将滤液保存在 0 °C~4 °C 的冰箱中,时间不超过 24 h。用 GC-MS 进行分析测试。

若 NMP 或 NEP 含量高于标准曲线最高点,则应稀释后进行测定。

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,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

进样量:1 μL 。

毛细管色谱柱:30 m×0.25 mm×0.25 μm ;如 DB-5MS 石英毛细管柱或相当者。

气体流量:1.0 mL/min。

进样口温度:250 °C。

色谱质谱接口温度:300 °C。

柱温:60 °C 保持 4 min,15 °C/min 升温至 140 °C,接着 30 °C/min 升温至 300 °C,保持 1 min。

6.4.2 质谱条件

电离方式:EI。

电离能量:70 eV。

检测方式(SIM/SCAN 模式):SIM; $m/z=99$ (NMP), $m/z=98$ (NEP)。

离子源温度:230 ℃。

色谱-质谱接口温度:280 ℃。

溶剂延迟:2.5 min。

7 结果的计算与表示

按式(1)计算试样中 NMP、NEP 的含量:

$$w = \frac{\rho_s \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w —— 试样中 NMP 或 NEP 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)(精确至 0.1 mg/kg);

ρ_s —— 标准曲线中读出的 NMP 或 NEP 的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V —— 萃取体积(标准规定条件下 $V=10$ mL),单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g)。

本方法检出限为 5 mg/kg。

8 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) 从试样中提取的 NMP 和 NEP 的含量,mg/kg;
- d) 与本标准规定的方法的任何偏离;
- e) 本方法的检出限。

北京中培质联 专用

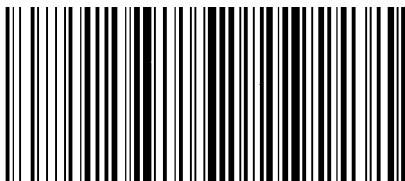
附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 19070:2016 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 19070:2016 相比,在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 19070:2016 的章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 19070:2016 章条编号
4.1	第 4 章的第 1 段
4.2	4.1
4.3	4.2
4.4	—
4.5	6.1.1
6.1	6.1.2
6.4	第 7 章和附录 A
7	8
8	第 9 章的部分内容和第 10 章



GB/T 38409-2019

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-64044