

ICS 61.060
Y 78



中华人民共和国国家标准

GB/T 26713—2011

GB/T 26713—2011

鞋类 化学试验方法 富马酸二甲酯(DMF)的测定

Footwear—Chemical tests—
Determination of dimethyl fumarate (DMF)

中华人民共和国
国家标准
鞋类 化学试验方法
富马酸二甲酯(DMF)的测定
GB/T 26713—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
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 0.75 字数 15 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-43419 定价 16.00 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)68533533



GB/T 26713-2011

2011-06-16 发布

2011-12-01 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

附录 A
(资料性附录)

富马酸二甲酯的 GC-MS 选择离子扫描标准谱图

A.1 富马酸二甲酯的 GC-MS 选择离子扫描总离子流图,见图 A.1。

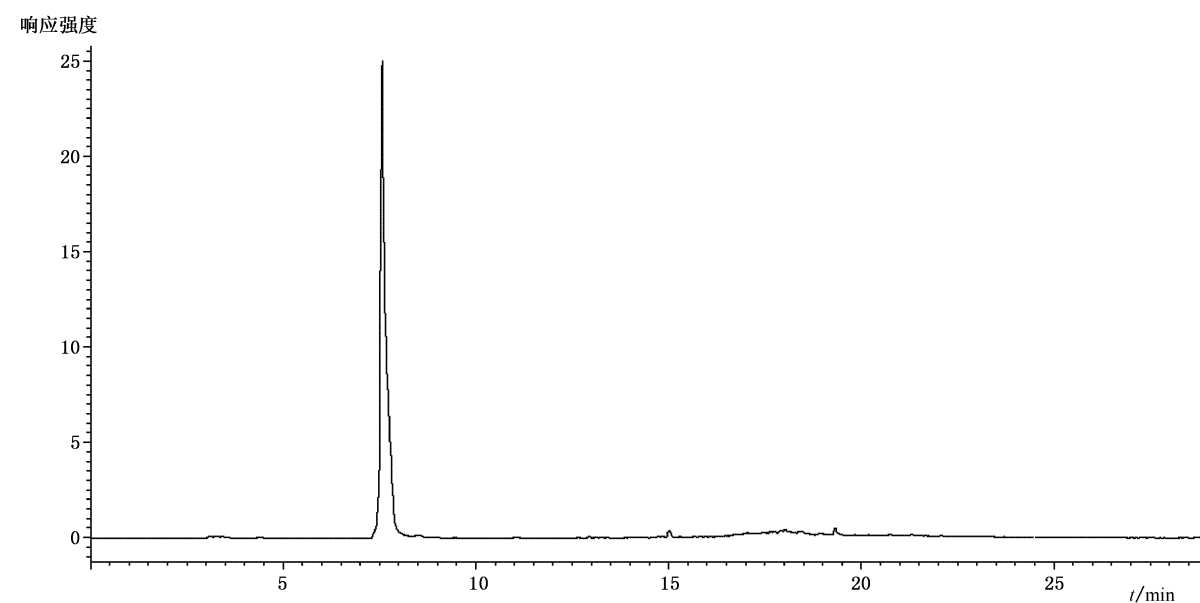


图 A.1 富马酸二甲酯的 GC-MS 选择离子扫描总离子流图

A.2 富马酸二甲酯的 GC-MS 选择离子扫描质谱图,见图 A.2。

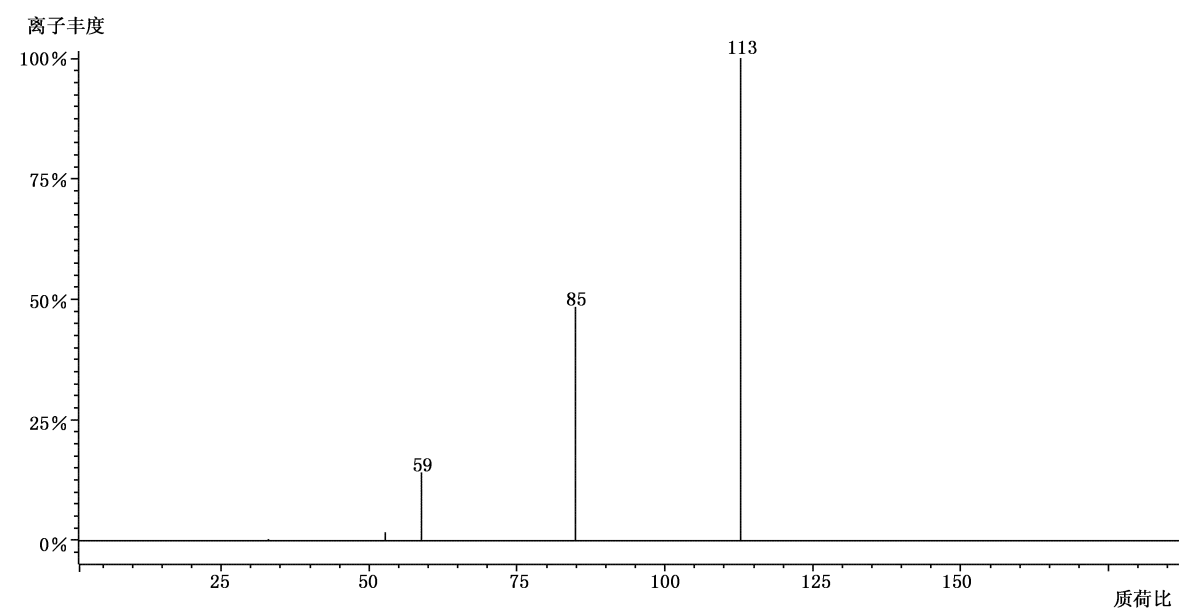


图 A.2 富马酸二甲酯的 GC-MS 选择离子扫描质谱图

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国制鞋标准化技术委员会(SAC/TC 305)归口。

本标准起草单位:中国皮革和制鞋工业研究院、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、江苏省太仓市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人:赵洋、张伟娟、郭仁宏、张志辉、杨民、梁金玲。

- e) 载气:氮气,其纯度 $\geq 99.999\%$;控制方式:恒定流速为 1.0 mL/min;
- f) 柱温:从 60 °C 开始以 5 °C/min 的速率升温至 100 °C,再以 25 °C/min 的速率升温至 280 °C,保持 10 min;
- g) 进样量:1 μ L;
- h) 离子源:EI 源;
- i) 电离能量:70 eV;
- j) 扫描方式:二级质谱(MS-MS),定性离子 m/z:85、53、113,定量离子 m/z:85;
- k) 裂解方式:共振;
- l) 激发存储水平:49.6 m/z;
- m) 激发裂解电压:0.5 V;
- n) 溶剂延迟时间:3 min。

6.5.2 气相色谱-二级质谱分析及阳性结果确证

根据试液中富马酸二甲酯的含量情况,选取浓度相近的标准工作溶液,标准工作溶液和试液中富马酸二甲酯的响应值均应在仪器的线性范围内。在上述 GC-MS-MS 条件下,富马酸二甲酯的保留时间约为 6.5 min。

如果试液与标准工作溶液的总离子流色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据富马酸二甲酯的特征离子碎片及其丰度比对其进行确证。

定性离子(m/z):85、53、113(其丰度比为 100 : 11 : 5);

定量离子(m/z):85。

注:富马酸二甲酯的 GC-MS-MS 标准谱图参见附录 B。

7 空白试验

除不加试样外,按上述 6.2~6.5 测定步骤进行,以证明检测过程中使用的试剂和材料中没有富马酸二甲酯成分的存在。

8 结果计算

按式(1)计算富马酸二甲酯的含量:

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

式中:

X —— 试样中富马酸二甲酯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 由标准工作曲线得到的试样溶液中富马酸二甲酯的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 试液的定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g)。

9 回收率的测定

向盛有 60 mL 乙酸乙酯的圆底烧瓶中加入与样品中富马酸二甲酯含量相等的标准溶液,然后按 6.2~6.5 的测定步骤进行,富马酸二甲酯的回收率应大于 80%。

鞋类 化学试验方法 富马酸二甲酯(DMF)的测定

1 范围

本标准规定了鞋类和鞋类部件中富马酸二甲酯的试验方法——气相色谱-质谱和气相色谱-二级质谱检测方法。

本标准适用于鞋类和鞋类部件中富马酸二甲酯的测定。

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 22049 鞋类 鞋类和鞋类部件环境调节及试验用标准环境

3 原理

采用脱水乙酸乙酯对试样中的富马酸二甲酯进行超声提取,提取液净化后,用气相色谱-质谱法(GC-MS)或气相色谱-二级质谱法(GC-MS-MS)测定和确证,外标法定量。

注:当采用 GC-MS 测定出的基质干扰严重,富马酸二甲酯含量较低时,只能采用 GC-MS-MS。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯或更高纯度试剂。

- 4.1 乙酸乙酯:经 5A 分子筛脱水处理。
- 4.2 富马酸二甲酯标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3 中性氧化铝小柱:1 000 mg,6 mL。
- 4.4 正己烷。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平,精度 0.000 1 g。
- 5.2 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):配有电子轰击电离离子源(EI)。
- 5.3 气相色谱-二级质谱仪(GC-MS-MS):配有电子轰击电离离子源(EI)。
- 5.4 旋转蒸发器。
- 5.5 具塞量筒:5 mL。
- 5.6 超声波提取器:40 kHz。
- 5.7 一次性使用无菌注射器(带针):2 mL。
- 5.8 具塞锥形瓶:100 mL。
- 5.9 微量进样器:10 μ L。