

ICS 61.060
分类号: Y 78
备案号: 43576-2013

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4554—2013

鞋类 化学试验方法 全氟辛烷磺酸盐和 全氟辛酸的测定 液相色谱-串联质谱法

Footwear - Chemical test method -
determination of perfluorooctane sulfonate and perfluorooctanoate -
LC-MS/MS

2013-12-31 发布

2014-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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。

本标准由全国制鞋标准化技术委员会（SAC/TC 305）归口。

本标准起草单位：深圳市计量质量检测研究院、浙江红蜻蜓鞋业股份有限公司、中国皮革和制鞋工业研究院、东莞市新虎威实业有限公司、深圳市华测检测技术股份有限公司。

本标准主要起草人：张海焯、钱金波、林紫威、赵洋、章文福、孔蕾、张骁。

鞋类 化学试验方法 全氟辛烷磺酸盐和 全氟辛酸的测定 液相色谱-串联质谱法

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

本标准规定了鞋类和鞋类部件中全氟辛烷磺酸盐（PFOS）和全氟辛酸（PFOA）的试验方法——液相色谱-串联质谱检测方法。

本标准适用于纺织品和皮革材质的鞋类部件中全氟辛烷磺酸盐（PFOS）和全氟辛酸（PFOA）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）

3 原理

试样纺织品部分用甲醇超声提取，提取液经浓缩、定容后用液相色谱-串联质谱仪测定和确证，外标法定量。

试样皮革部分用甲基叔丁基醚和四丁基硫酸氢铵水溶液超声萃取，有机相萃取液经浓缩、定容后用液相色谱-串联质谱仪测定和确证，外标法定量。

4 试剂

- 4.1 总则：除非另有规定，所用试剂均为分析纯，试验用水符合 GB/T 6682 的一级水。
- 4.2 乙腈：色谱纯。
- 4.3 甲醇：色谱纯。
- 4.4 四丁基硫酸氢铵。
- 4.5 甲基叔丁基醚：色谱纯。
- 4.6 乙酸铵：优级纯。
- 4.7 四丁基硫酸氢铵水溶液（0.5 mol/L）：称取 16.98 g 四丁基硫酸氢铵（4.4），用水溶解并定容至 100 mL。
- 4.8 定容液：乙腈：乙酸铵溶液（0.005 mol/L）为 9：1（体积比）。
- 4.9 全氟辛烷磺酸钾标准物质：纯度不小于 98%（CAS：2795-39-3）。
- 4.10 全氟辛酸标准物质：纯度不小于 98%（CAS：335-67-1）。
- 4.11 全氟辛烷磺酸钾标准储备溶液（100 mg/L）：用甲醇或其他合适的溶剂将全氟辛烷磺酸钾标准物质（4.9）配制成浓度约为 100 mg/L 的全氟辛烷磺酸钾标准储备溶液。
注：全氟辛烷磺酸钾标准储备溶液在 0℃～4℃ 冰箱中保存有效期为 6 个月。
- 4.12 全氟辛酸标准储备溶液（100 mg/L）：用甲醇或其他合适的溶剂将全氟辛酸标准物质（4.10）配制成浓度约为 100 mg/L 的全氟辛酸标准储备溶液。
注：全氟辛酸标准储备溶液在 0℃～4℃ 冰箱中保存有效期为 6 个月。