



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3587—2013

## 进出口纺织品中 $N,N$ -二甲基甲酰胺和 $N,N$ -二甲基乙酰胺的测定 气质联用法

Determination of  $N,N$ -dimethylformamide and  $N,N$ -dimethylacetamide in textile  
for import and export—Gas chromatography-Mass method

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局



中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口纺织品中 *N,N*-二甲基甲酰胺和  
*N,N*-二甲基乙酰胺的测定 气质联用法  
SN/T 3587—2013

\*

中国标准出版社出版  
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)  
总编室:(010)64275323  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2014 年 2 月第一版 2014 年 2 月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号: 155066 • 2-26478 定价 14.00 元

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国莆田出入境检验检疫局、中华人民共和国泉州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：程群、童玉贵、林碧芬、黄萍、方光伟、梁鸣、林中、李亦军、傅俊渊、陈绍华、张宝秀。



## 进出口纺织品中 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺的测定 气质联用法

### 1 范围

本标准规定了纺织品中 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于纺织品的测定。

### 2 原理

用二氯甲烷在超声波浴中提取试样中残留的 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺,浓缩定容后,样液用气相色谱-质谱联用仪进行检测,采用全扫描检测进行定性,选择离子进行外标法定量。

### 3 试剂与材料

除另有说明,所用试剂均为分析纯或以上纯度试剂。

3.1 二氯甲烷,经气相色谱-质谱仪检查无干扰物质存在。

3.2 甲醇:色谱纯。

3.3 *N,N*-二甲基甲酰胺(英文名称:*N,N*-Dimethylformamide,CAS号:68-12-2,分子式: $C_3H_7NO$ ):纯度 $\geq 98\%$ 。

3.4 *N,N*-二甲基乙酰胺(英文名称:*N,N*-Dimethylacetamide,CAS号:127-19-5,分子式: $C_4H_9NO$ ):纯度 $\geq 98\%$ 。

3.5 标准储备液:准确称取适量的 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺标准品,分别用甲醇(3.2)配制成浓度为  $1\,000\ \mu\text{g/mL}$  的标准储备液,装于棕色瓶中。

注:标准储备液在  $0\ ^\circ\text{C}\sim 4\ ^\circ\text{C}$  冰箱中保存,有效期 6 个月。

3.6 标准工作溶液:根据需要再用二氯甲烷稀释成适当浓度的混合标准工作溶液。

注:标准工作溶液在  $0\ ^\circ\text{C}\sim 4\ ^\circ\text{C}$  冰箱中保存,有效期 3 个月。

3.7 石墨化碳柱(250 mg,3 mL):用 3 mL 二氯甲烷活化石墨化碳柱,并保持湿润。

3.8 微孔滤膜:尼龙滤膜,  $0.2\ \mu\text{m}$ 。

### 4 仪器与设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪:配有 EI 源。

4.2 分析天平:感量  $0.01\ \text{mg}$  和  $0.01\ \text{g}$ 。

4.3 超声波清洗仪:工作频率  $40\ \text{kHz}$ 。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 反应器:管状,带旋盖(有聚四氟乙烯垫片),约  $50\ \text{mL}$ ,由硬质玻璃制成。

4.6 浓缩瓶: $150\ \text{mL}$ 。

4.7 具塞离心管: $10\ \text{mL}$ 。



5 检测方法

5.1 提取

取代表性的样品,将其剪碎至 5 mm × 5 mm 以下,混匀。称取 1.0 g(精确至 0.01 g)样品,置于反应器(4.5)中,加入 20 mL 二氯甲烷(3.1)混匀后,旋紧盖子,置于超声波清洗仪(4.3)中提取 30 min,再加入 20 mL 二氯甲烷,重复提取一次,合并提取液于 150 mL 浓缩瓶(4.6)中,浓缩瓶置于旋转蒸发仪(4.4)上,于 30 ℃ 水浴中缓慢浓缩至约 2 mL,用二氯甲烷溶解并定容至 5.0 mL,上清液过 0.2 μm 的滤膜(3.8),供气质联用仪测定。

5.2 净化

若样液存在基体干扰时可净化。将 5.1 处理后的样品溶液,全部转移至已活化的石墨碳柱(3.7),控制流速为每秒 1 滴。待液面下降至接近柱填料的上层面时,再加入 2 mL 二氯甲烷(3.1)洗脱,收集全部流出液于 10 mL 具塞离心管(4.7)中,用微弱的氮气流或其他合适的方式浓缩至稍少于 5.0 mL,用二氯甲烷定容到 5.0 mL,过 0.2 μm 的滤膜(3.8),供气相色谱-质谱联用仪测定。

5.3 测定

5.3.1 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。下面给出的操作参数已被证明是可行的,仅作为测定时的参考:

- a) 色谱柱:DB-WAX 30 m×0.25 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 进样口温度:200 ℃;
- c) 柱温:50 ℃(3 min)  $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  150 ℃(0 min)  $\xrightarrow{50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  230 ℃(2 min);
- d) 质谱接口温度:250 ℃;
- e) 载气:氦气(纯度≥99.999%),流量为 1.0 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 质量扫描范围:35 amu~100 amu;
- i) 进样方式:不分流进样;
- j) 进样量:1 μL;
- k) 溶剂延迟时间:7 min。

5.3.2 气相色谱-质谱分析定性及定量

按 5.3.1 规定的色谱条件,待仪器稳定后,将标准工作溶液(3.6)与样液等体积参插进样进行测定。如果样液与标准工作溶液的总离子流图中,在相同保留时间有色谱峰出现,通过比较样品与标样的特征离子进行定性,用选择离子监测方式进行外标法定量。*N,N*-二甲基甲酰胺定性离子(*m/z*):44、58、73,定量离子(*m/z*):73;*N,N*-二甲基乙酰胺(*m/z*):44、72、87,定量离子(*m/z*):44。在上述分析条件下,*N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺标准物的总离子流图和质谱图参见附录 A。

根据样液中被测物的含量情况,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 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺的响应值均应在仪器检测的线性范围内。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。



6 计算

样品中,N,N-二甲基甲酰胺和 N,N-二甲基乙酰胺的含量,由式(1)计算:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_i$  ——试样中 N,N-二甲基甲酰胺或 N,N-二甲基乙酰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $A_i$  ——样液中 N,N-二甲基甲酰胺或 N,N-二甲基乙酰胺的峰面积;
- $c_i$  ——标准工作液中 N,N-二甲基甲酰胺或 N,N-二甲基乙酰胺的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$  ——样液定容体积,单位为毫升(mL);
- $A_{is}$  ——标准工作液中 N,N-二甲基甲酰胺或 N,N-二甲基乙酰胺的峰面积;
- $m$  ——样液代表的试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。当结果超过 100 mg/kg 时,表示到个位。

7 测定低限

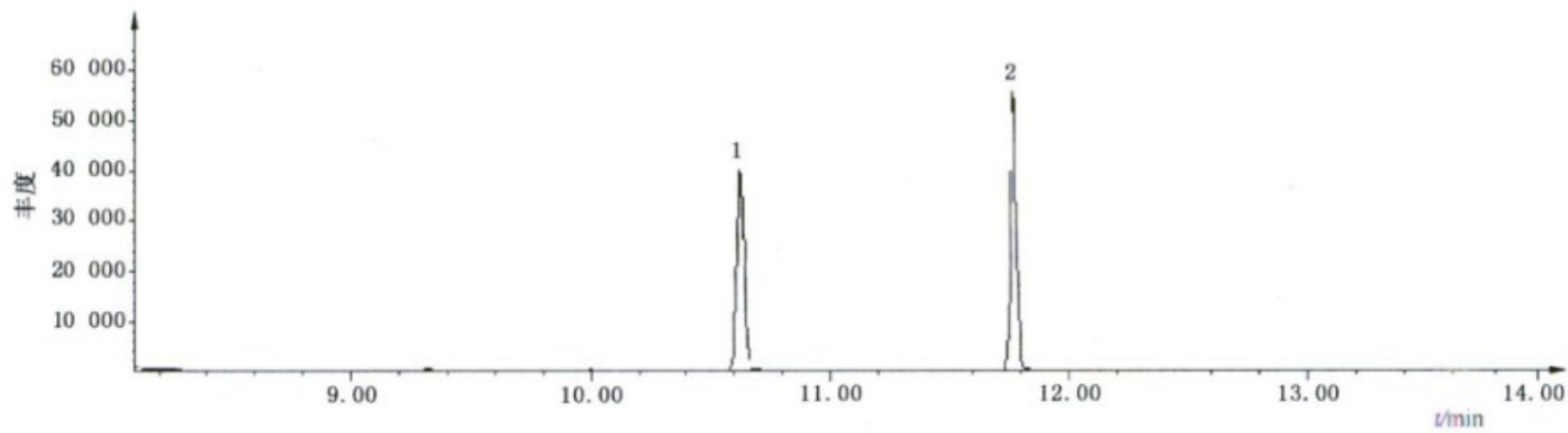
本方法的测定低限为 0.5 mg/kg。

8 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备、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的相对标准偏差不大于 10%。

附录 A  
(资料性附录)

*N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺标准物的 GC/MS 总离子流图



说明：  
1 —— *N,N*-二甲基甲酰胺；  
2 —— *N,N*-二甲基乙酰胺。

图 A.1 *N,N*-二甲基甲酰胺和 *N,N*-二甲基乙酰胺标准物的总离子流图

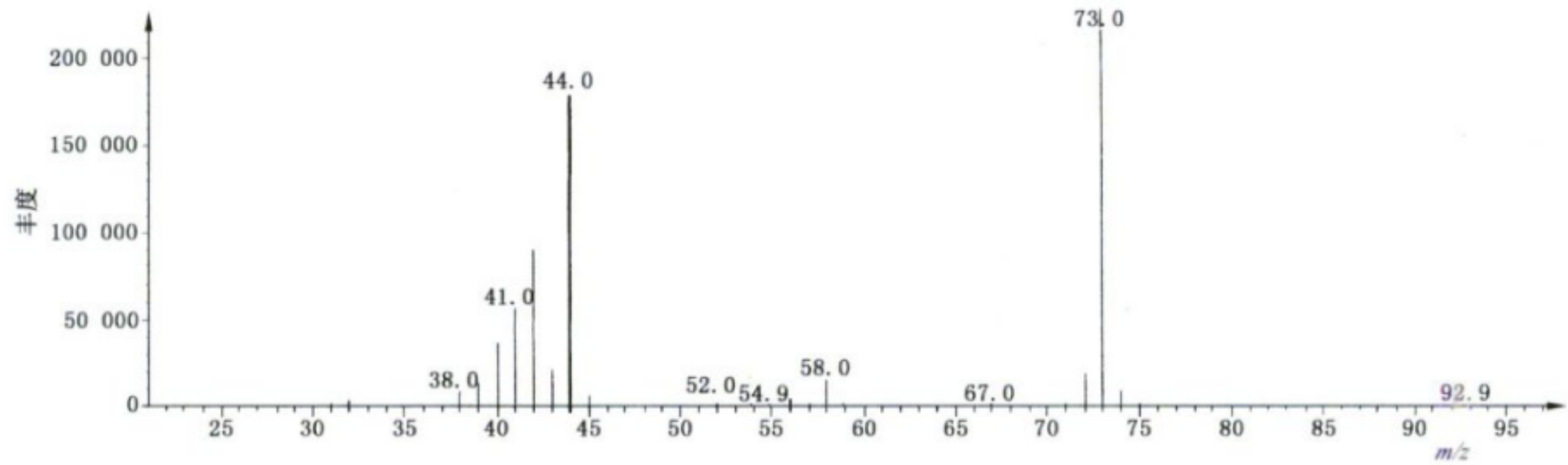


图 A.2 *N,N*-二甲基甲酰胺标准品的质谱图

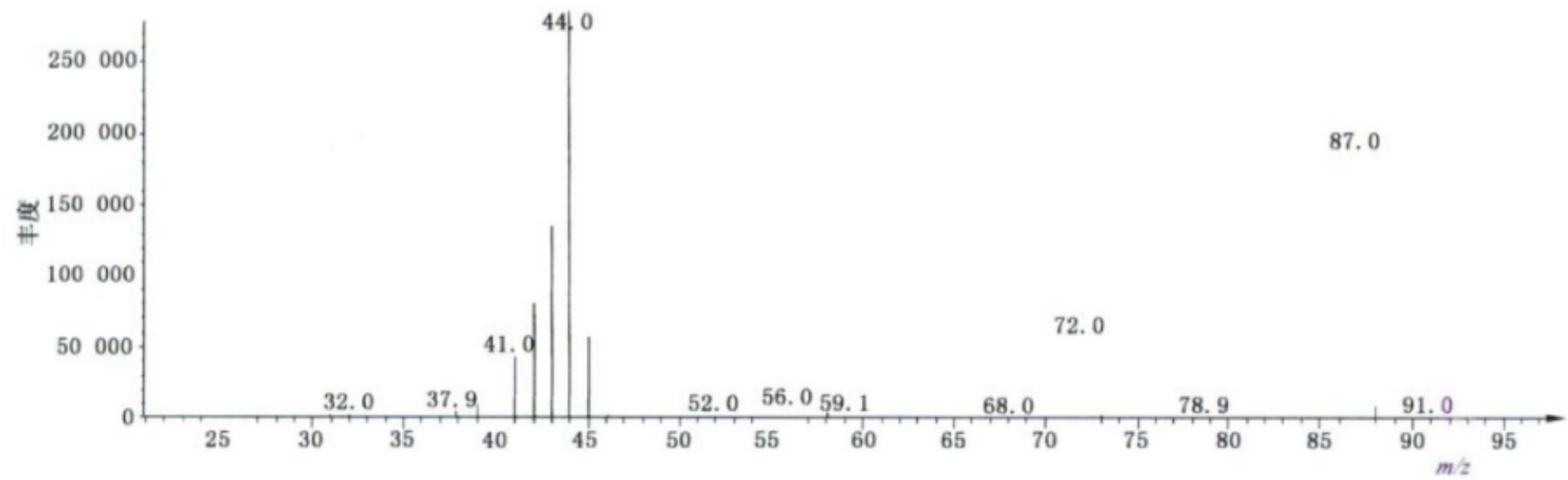


图 A.3 *N,N*-二甲基乙酰胺标准品的质谱图



SN/T 3587-2013

书号: 155066 · 2-26478  
定价: 14.00 元