



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3781—2014

进出口纺织品中 α -溴代肉桂醛测定 气相色谱-质谱法

Determination of α -bromocinnamic aldehyde in textiles for import and export—
Gas chromatography-mass spectrometry

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈军、顾娟红、潘葵、耿彦红、吴新、徐振东。

进出口纺织品中 α -溴代肉桂醛测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了纺织品中 α -溴代肉桂醛的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于纺织品中 α -溴代肉桂醛的测定。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

以正己烷为萃取溶剂经超声提取纺织品中的 α -溴代肉桂醛,提取液经旋转蒸发浓缩后,采用气相色谱-质谱-选择离子监测法(GC/MS-SIM)进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 正己烷(HPLC级)。

4.2 α -溴代肉桂醛标准物质:分子式 C_9H_7BrO ,CAS号:5443-49-2,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.3 α -溴代肉桂醛标准储备液:准确称取 100 mg(精确至 0.000 1 g) α -溴代肉桂醛标准品于 100 mL 容量瓶中,用正己烷(4.1)稀释至刻度,混匀,该溶液的浓度为 1 000 mg/L(冷冻保存)。

注:标准储备液-18℃避光保存 3 个月。

4.4 α -溴代肉桂醛标准工作溶液:取适量 α -溴代肉桂醛标准储备液(4.3)根据需要用正己烷(4.1)逐级稀释成适当浓度的系列标准工作溶液。

注:标准工作溶液现用现配。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪(GC-MS):配有电子轰击源(EI)。

5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。

5.3 涡旋混合器。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 氮吹仪。

5.6 超声波清洗器:频率 40 kHz。

5.7 滤膜:0.45 μm ,有机相。

6 测定步骤

6.1 试样处理

选取有代表性样品,剪成约 5 mm×5 mm 小片,混匀,从中称取 1.0 g 试样(精确至 0.01 g),置于 50 mL 具塞磨口瓶中,加入 20 mL 正己烷(4.1),在 40 °C 下超声萃取 20 min。收集上清液至圆型瓶中。再用 20 mL 正己烷(4.1)分 2 次洗涤残留物,合并滤液。萃取液旋转蒸发至近 1 mL(真空度:0.096 MPa 以上),再用缓氮气流吹至近干。准确移入 1 mL 正己烷,混匀,供 GC-MS 测试。必要时先进行适当稀释后进行分析。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:DB-5MS,30 m×0.25 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 色谱柱温:80 °C $\xrightarrow{20\text{ °C/min}}$ 180 °C (2 min) $\xrightarrow{40\text{ °C/min}}$ 280 °C (2 min);
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 色谱-质谱接口温度:280 °C;
- e) 离子源温度:230 °C;
- f) 载气:氦气,纯度≥99.999%;流速:1.0 mL/min;
- g) 进样量:1 μL;
- h) 进样方式:不分流进样;
- i) 电离方式:电子轰击源(EI);
- j) 质量扫描范围:50 amu~300 amu;
- k) 检测方式:选择离子测定(SIM)。

6.2.2 定性分析

分别取标准工作溶液(4.4)和试样溶液(6.1),按 6.2.1 条件进行测定。通过比较试样和标样的保留时间和特征离子进行定性。

注:采用本标准中所列的 GC/MS 工作条件时,目标化合物的选择离子参见附录 A,总离子流图和质谱图参见附录 B 的 B.1、B.2。

6.2.3 定量分析

根据试液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作液(4.4),按 6.2.1 条件,分别对标准工作液与试液等体积参插进样测定,选取适当的定量选择离子(参见附录 A),外标法定量。

标准溶液和试液中待测定的 α-溴代肉桂醛的响应值均应在仪器检测的线性范围内,如果试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。

6.2.4 空白试验

除不加试样外,按上述 6.1 和 6.2 测定步骤进行。

7 结果计算

按式(1)计算纺织品中 α -溴代肉桂醛的含量:

$$x = \frac{A_x \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

x ——样品中 α -溴代肉桂醛含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_x ——样液中 α -溴代肉桂醛的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c ——标准工作液中 α -溴代肉桂醛浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准工作液中 α -溴代肉桂醛的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试样量,单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 8170 修约至小数点后一位。

8 测定低限

本方法对 α -溴代肉桂醛的测定低限为 1.0 mg/kg。

9 回收率和精密度

9.1 回收率

在试样中定量加入适当已知浓度的标准溶液,按上述检测步骤 6.1 和 6.2 进行回收率分析(本标准对 α -溴代肉桂醛基质加标回收率应不低于 85%)。

9.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,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,获得的两次独立测试结果的绝对差值均不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%情况不超过 5%为前提。

10 测试报告

测试报告至少应包含以下内容:

- a) 样品的来源及描述;
- b) 使用的编号(包括年号);
- c) 测试结果;
- d) 偏离标准的偏差;
- e) 测试日期。

SN/T 3781—2014

附 录 A
(资料性附录)
α-溴代肉桂醛的质谱分析参数

表 A.1 *α*-溴代肉桂醛的质谱分析参数

分析物	CAS 编号	参考定量离子(<i>m/z</i>)	参考定性离子(<i>m/z</i>)
<i>α</i> -溴代肉桂醛	5443-49-2	103	211 77 131

附录 B
(资料性附录)

α -溴代肉桂醛的 GC/MSD 总离子流图和质谱图

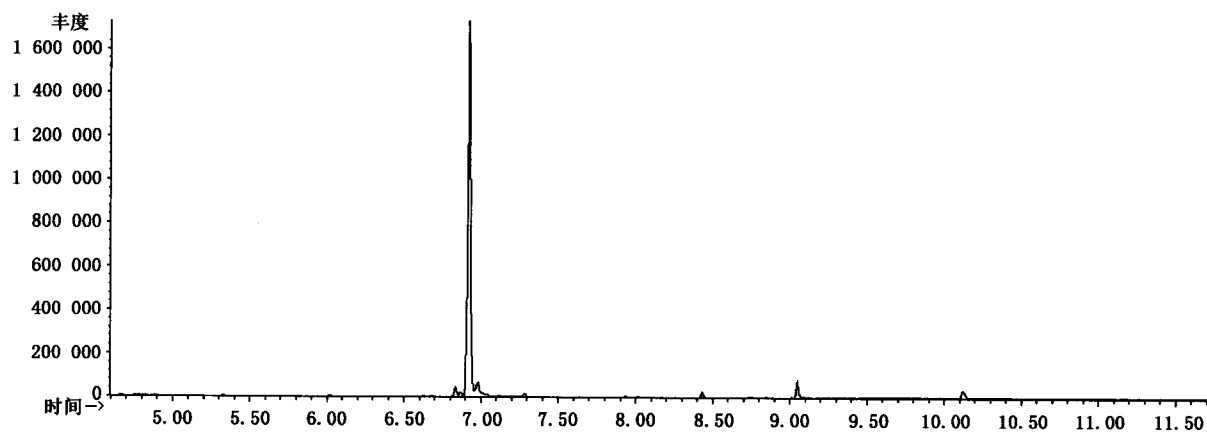


图 B.1 α -溴代肉桂醛的总离子流图

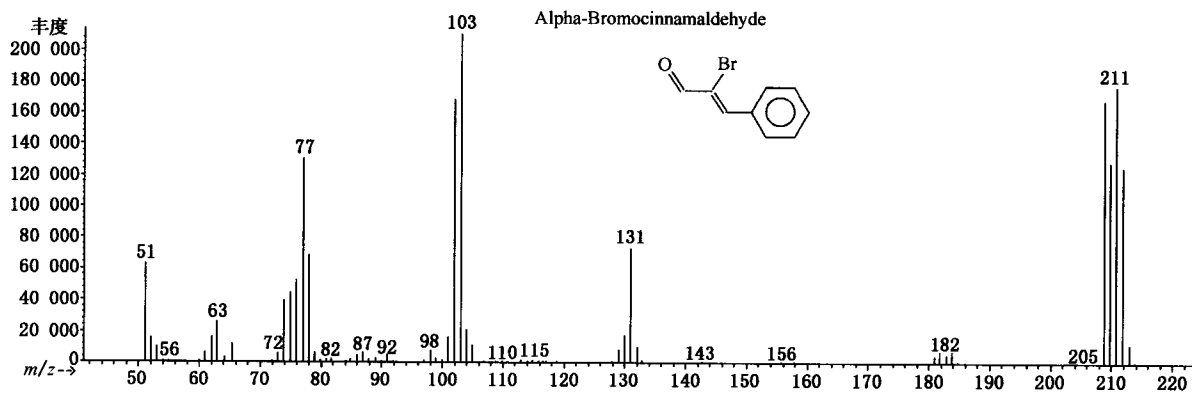


图 B.2 α -溴代肉桂醛的质谱图