

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4559—2016

进出口纺织品 己二酸酯的测定 气相色谱-质谱法

Textiles import and export—Determination of adipate esters—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2016-08-23 发布

2017-03-01 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：中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘俊、王小平、刘思聪、朱侠、马增梅、李江、牛增元、张旭龙。

进出口纺织品 己二酸酯的测定 气相色谱-质谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本标准规定了用气相-质谱联用法测定纺织品中己二酸酯物质含量的方法。
本标准适用于纺织品中己二酸酯物质含量测定。

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(包括所用的修改单)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 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判断

3 原理

样品经二氯甲烷超声提取,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,用选择离子进行外标法定量。

4 试剂和材料

除特殊注明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的去离子水。

4.1 二氯甲烷:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯。

4.3 己二酸酯标准品:纯度均 $\geq 98\%$,己二酸二乙酯、己二酸二异丁酯、己二酸二丁酯、己二酸二-2-乙基己酯和己二酸二(2-丁氧基乙)酯(英文名称、化学文摘编号和分子式见附录 A)。

4.4 标准储备液:分别称取适量的己二酸酯标准品(4.3)(精确至 0.1 mg),用正己烷配制成 1 000 $\mu\text{g/L}$ 的储备液,标准储备液于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,标准储备液保存期为 6 个月。

4.5 标准工作溶液:取适量各种己二酸酯的标准储备液(4.4),根据需要用二氯甲烷稀释成适用的混合标准工作溶液,标准工作溶液于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,标准工作溶液保存期为 1 个月。

5 仪器

5.1 气相色谱-质谱仪(GC-MS):配有电子轰击电离源(EI)。

5.2 天平:感量 0.01 g。

5.3 超声波发生器:300 W,工作频率 40 kHz。

5.4 涡旋混匀器。

5.5 锥形瓶:聚磨口塞,100 mL。

5.6 滤膜:有机相,0.45 μm 。

6 测定步骤

6.1 试样处理

取 5 g~10 g 代表性样品,将其剪碎至 5 mm \times 5 mm 以下,混匀。称取上述 1.0 g(精确到 0.01 g)试样,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 30 mL 二氯甲烷,于超声波发生器中提取 20 min,冷却。将提取液过滤于 50 mL 容量瓶中,残渣再用 20 mL 二氯甲烷超声提取 5 min,合并滤液,用二氯甲烷定容至 50 mL,用 0.45 μm 的有机相膜过滤后,滤液为待测样液。

6.2 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不能给出色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:采用 HP-5MS 毛细管色谱柱,30.0 m \times 0.25 mm(内径) \times 0.25 μm (膜厚),或相当者;
- b) 色谱柱程序升温条件:100 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 200 $^{\circ}\text{C}$,然后以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$,保持 10 min;
- c) 进样口温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 色谱-质谱接口温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$;流速 1.0 mL/min;
- f) 进样模式:脉冲不分流进样,1.0 min 后开阀;
- g) 进样量:1.0 μL ;
- h) 离子化方式:EI;
- i) 离子化能量:70 eV;
- j) 溶剂延迟:4.0 min;
- k) 质量扫描范围:40 amu~400 amu;
- l) 离子源温度:200 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 气相色谱-质谱分析及阳性结果确证

根据样液中被测物含量情况,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每种己二酸酯类增塑剂的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

注 1:如果样液的检测响应值超出仪器的线性范围,可适当稀释后测定。

注 2:在上述气相色谱-质谱条件下,5 种己二酸酯类增塑剂标准物选择离子种类和色谱图参见附录 B 和附录 C 中。

如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则参照附录 B 中每种己二酸酯类增塑剂选择离子的种类及其丰度比进行确证。

6.4 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

7 计算

用数据处理软件或按照式(1)计算样品中目标物的百分含量:

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1}{10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
X ——试样中增塑剂残留量，%；
c ——从标准工作曲线得到的增塑剂浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
V ——样品溶液最终定容体积，单位为毫升(mL)；
m ——样品称取的质量，单位为克(g)。

试验结果以两次试验的平均值表示，计算结果计算至小数点后两位，修约至小数点后一位，数值修约按 GB/T 8170 规定进行。

8 测定低限、回收率、精密度

8.1 测定低限

己二酸二乙酯、己二酸二异丁酯、己二酸二丁酯、己二酸二-2-乙基己酯测定低限 2.0 mg/kg，己二酸二(2-丁氧基乙)酯测定低限 10.0 mg/kg。

8.2 回收率

本方法对 5 种己二酸酯类物质添加回收率见表 1。

表 1 5 种己二酸酯回收率(n = 10)

序号	化合物	回收率范围/%
1	己二酸二乙酯	84.00~99.90
2	己二酸二异丁酯	86.00~95.10
3	己二酸二丁酯	97.00~102.50
4	己二酸二-2-乙基己酯	90.00~101.00
5	己二酸二(2-丁氧基乙)酯	91.00~100.80

8.3 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得算术平均值的 10%。

SN/T 4559—2016

附 录 A
(规范性附录)

5 种己二酸酯的中英文名称、化学文摘编号、分子式和相对分子量

表 A.1 给出了 5 种己二酸酯的中英文名称、化学文摘编号、分子式和相对分子量。

表 A.1 5 种己二酸酯的中英文名称、化学文摘编号、分子式和相对分子量

序号	中文名称	英文名称	化学文摘编号 (CAS No.)	分子式	相对分子量
1	己二酸二乙酯	Diethyl adipate	141-28-6	$C_{10}H_{18}O_4$	202.25
2	己二酸二异丁酯	Diisobutyl adipate	141-04-8	$C_{14}H_{26}O_4$	258.35
3	己二酸二丁酯	Dibutyl adipate	105-99-7	$C_{14}H_{26}O_4$	258.35
4	己二酸二-2-乙基己酯	Bis(2-ethylhexyl) adipate	103-23-1	$C_{22}H_{42}O_4$	370.57
5	己二酸二(2-丁氧基乙)酯	dibutoxyethyl adipate	141-18-4	$C_{18}H_{34}O_6$	346.46

附 录 B
(资料性附录)

5 种己二酸酯类化合物的选择离子种类

表 B.1 给出了 5 种己二酸酯类化合物的选择离子种类。

表 B.1 5 种己二酸酯类化合物的选择离子种类

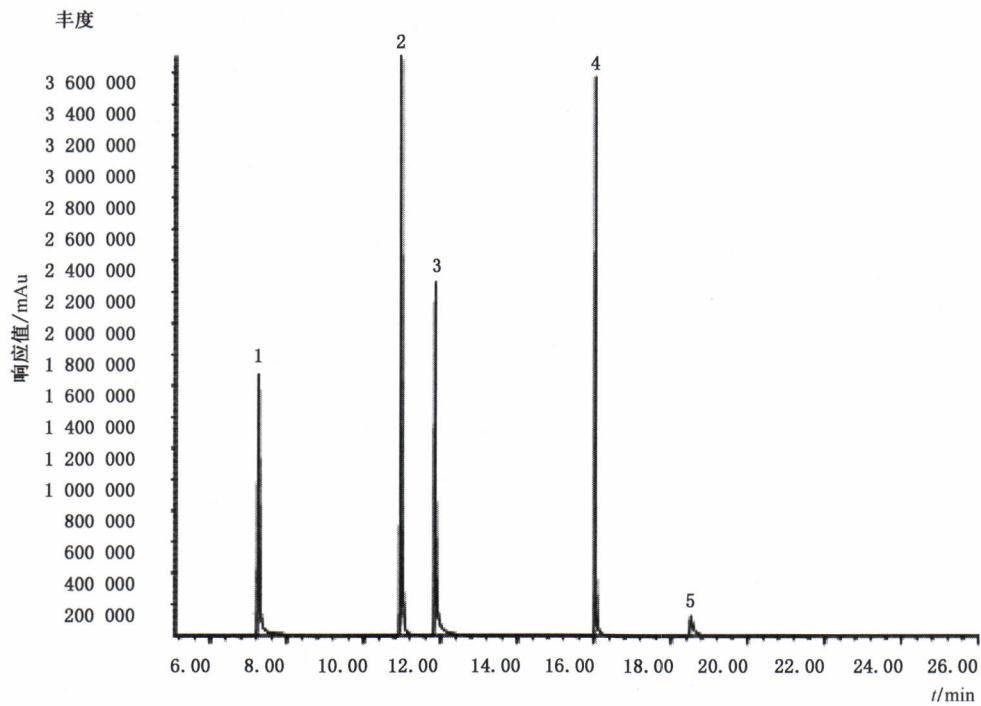
物质	选择离子
己二酸二乙酯	<u>111</u> 、128、157
己二酸二异丁酯	111、 <u>129</u> 、185
己二酸二丁酯	111、 <u>129</u> 、185
己二酸二-2-乙基己酯	112、 <u>129</u> 、147
己二酸二(2-丁氧基乙)酯	<u>155</u> 、173、217
注：带下划线的为定量离子。	

SN/T 4559—2016

附录 C
(资料性附录)

5 种己二酸酯标准物色谱图

5 种己二酸酯标准物色谱图见图 C.1。



说明：

- 1——己二酸二乙酯(Diethyl adipate)；
- 2——己二酸二异丁酯(Diisobutyl adipate)；
- 3——己二酸二丁酯(Dibutyl adipate)；
- 4——己二酸二-2-乙基己酯[Bis(2-ethylhexyl) adipate]；
- 5——己二酸二(2-丁氧基乙)酯(dibutoxyethyl adipate)。

图 C.1 5 种己二酸酯类标准物色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纺织品 己二酸酯的测定
气相色谱-质谱法
SN/T 4559—2016

*

中国标准出版社出版
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)
总编室:(010)68533533
网址 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 0.75 字数 14 千字
2018年1月第一版 2018年1月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32377 定价 16.00 元



SN/T 4559-2016