

ICS 61.060  
分类号: Y 78

**QB**

# 中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5430—2019

## 鞋类 化学试验方法 N-甲基吡咯烷酮 (NMP) 的测定

Footwear — Chemical tests

— Determination of N-methyl pyrrolidone (NMP)

2019-12-24 发布

2020-07-01 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：中国皮革制鞋研究院有限公司、温州市质量技术监督检测院/国家鞋类质量监督检验中心（温州）、温州中胤时尚鞋服设计有限公司。

本标准主要起草人：王宁、冉美玲、倪秀华、史红月。

本标准首次发布。

## 鞋类 化学试验方法 N-甲基吡咯烷酮（NMP）的测定

### 1 范围

本标准规定了鞋类和鞋类部件中N-甲基吡咯烷酮的气相色谱-质谱联用（GC-MS）测定方法。  
本标准适用于鞋类和鞋类部件中N-甲基吡咯烷酮含量的测定。

### 2 原理

剪碎的试样经甲醇超声波萃取，提取液经滤膜净化后用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）测定，外标法定量。

### 3 试剂

3.1 甲醇，色谱纯。

3.2 N-甲基吡咯烷酮（NMP），化学文摘登记号（CAS号）：872-50-4，纯度大于99%。

3.3 标准储备溶液：称取适量的NMP标准物质（3.2），用甲醇（3.1）配制成浓度为1 000 mg/L的标准储备溶液，在0℃~4℃冰箱中避光保存，有效期为6个月。

3.4 标准工作溶液：用甲醇（3.1）对标准储备溶液（3.3）逐级稀释，制备出至少5个相应浓度的标准工作溶液，如：0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L。在0℃~4℃冰箱中避光保存，有效期为7天。

### 4 仪器和设备

4.1 分析天平，感量为0.1 mg。

4.2 带盖子的玻璃瓶，可密封，容量可为40 mL。

4.3 移液器，量程为200 μL、1 mL和10 mL等。

4.4 超声波发生器，可控温。

4.5 PTFE有机滤膜，孔径0.45 μm。

4.6 具PTFE塞样品瓶，2 mL。

4.7 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）。

### 5 试验步骤

#### 5.1 试样准备

试样从鞋的单一材料中制取，如具有涂层的皮革、纺织品、合成革和人造革等材料，并剪成任意一边不大于3 mm×3 mm的小片。

#### 5.2 萃取

称取1 g（精确至1 mg）剪好的试样于玻璃瓶（4.2）中，准确加入10 mL甲醇（3.1），密封。

试样完全浸湿后将玻璃瓶置于超声波发生器中（60±2）℃超声萃取1 h。

萃取液降至室温后用PTFE有机滤膜（4.5）过滤净化，移取一定量的萃取液于样品瓶（4.6）中密封，供GC-MS测定。

#### 5.3 GC-MS测定

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出GC-MS分析的通用参数，设定的参数应保证色谱测试时被测组分与其他组分能够得到有效的分离。附录A给出的示例已证明是可行的。



#### 5.4 定性分析

进行样品测定时,通过比较试样和标样在色谱图中保留时间、质谱图中特征离子及其丰度比进行定性分析。

注:在附录A所列的GC-MS工作条件下,N-甲基吡咯烷酮的保留时间、特征离子及丰度比参见表A.1,色谱图和质谱图参见图A.1、A.2。

#### 5.5 定量分析

以校准溶液浓度为横坐标、定量离子峰面积为纵坐标,作标准曲线,外标法定量。校准溶液和样液中被测物响应值均应在仪器检测的线性范围内。若样液响应值超出标准曲线范围,则用甲醇(3.1)以适当的倍数稀释至标准曲线范围内再进行分析。

#### 6 空白试验

除不加样品外,按上述5.2~5.3分析步骤进行,以证明试验过程中使用的试剂和材料没有N-甲基吡咯烷酮的存在。

#### 7 结果计算

样品中N-甲基吡咯烷酮的含量按式(1)计算:

$$W = \frac{c_s \times V \times K}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$W$ ——试样中N-甲基吡咯烷酮的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c_s$ ——试样中N-甲基吡咯烷酮峰面积对应的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——提取液体积,单位为毫升(mL);

$K$ ——提取液稀释倍数;

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

#### 8 回收率测定

向空白样的萃取液中加入适当已知浓度的标准溶液,然后按上述5.2~5.3进行测定,其回收率应为85%~120%。

#### 9 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值,计算结果保留至小数点后1位。

#### 10 检出限

本方法检出限为5.0 mg/kg。

#### 11 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差不应超过算术平均值的10%。

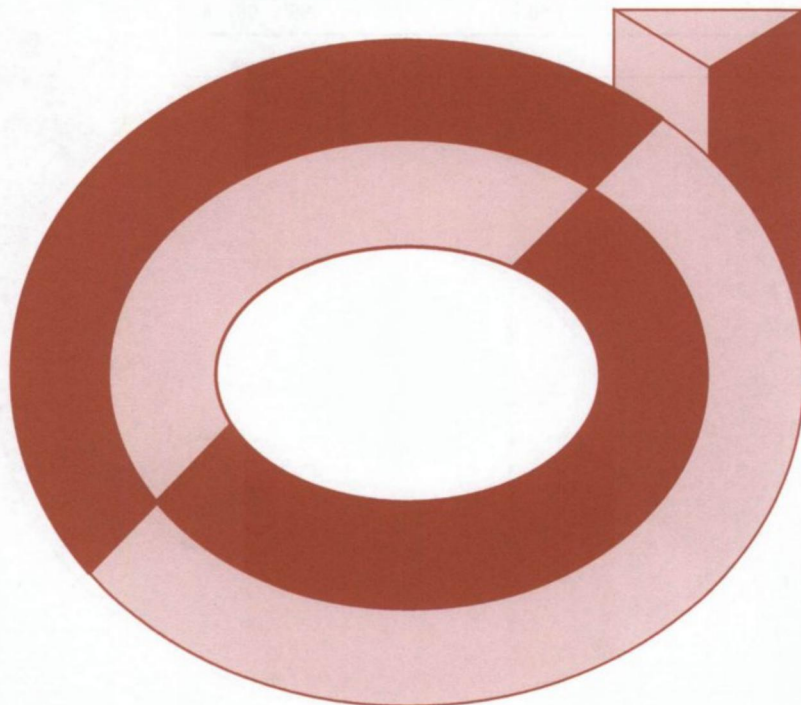
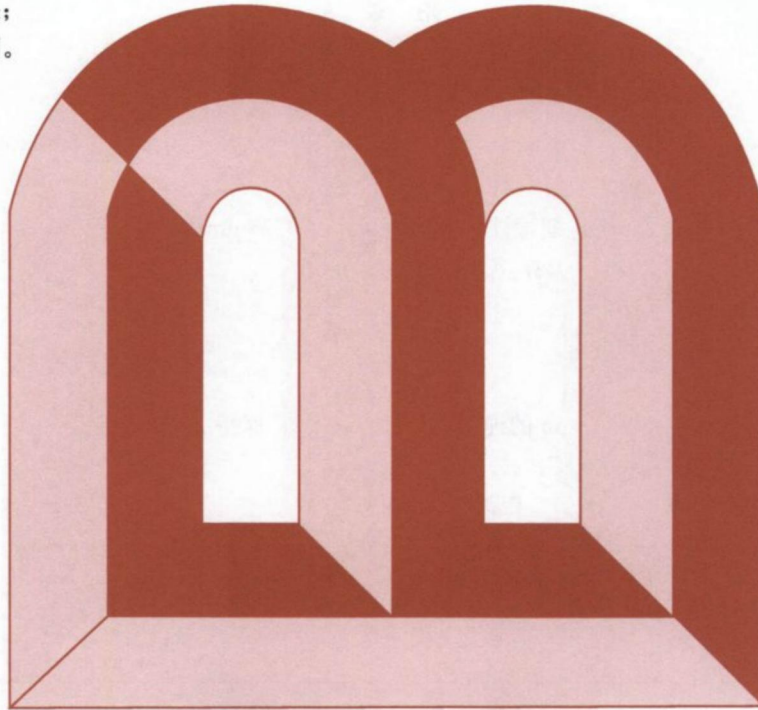
#### 12 试验报告

试验报告至少应包含以下内容:

a) 本标准编号;

b) 样品描述;

- c) 与本标准的任何偏差；
- d) 测试结果；
- e) 试验日期。





附录 A  
(资料性附录)

N-甲基吡咯烷酮的测定示例

以下仅以某型号的GC-MS为例提供参考，其他型号的GC-MS的工作条件可以根据各自仪器的具体情况而定：

- a) 色谱柱：DB-WAX 石英毛细管柱，30 m×250 μm×0.25 μm；
- b) 载气：氮气，纯度≥99.999%，流速 1.0 mL/min；
- c) 进样口温度：240 °C；
- d) 进样方式：不分流进样；
- e) 进样量：1 μL；
- f) 程序升温：60 °C以 15 K/min 的速度升温到 240 °C，保持 2 min；
- g) 色谱-质谱接口温度：240 °C；
- h) 离子源：电子电离源 (EI)；电离源温度：230 °C；
- i) 电子能量：70 eV；
- j) 质量分析器：四级杆质量分析器。

表 A.1 N-甲基吡咯烷酮的保留时间和特征离子

名称	保留时间/min	特征离子	丰度比
N-甲基吡咯烷酮	7.50	99*, 98, 44	100 : 71 : 46
注：标*为定量离子。			

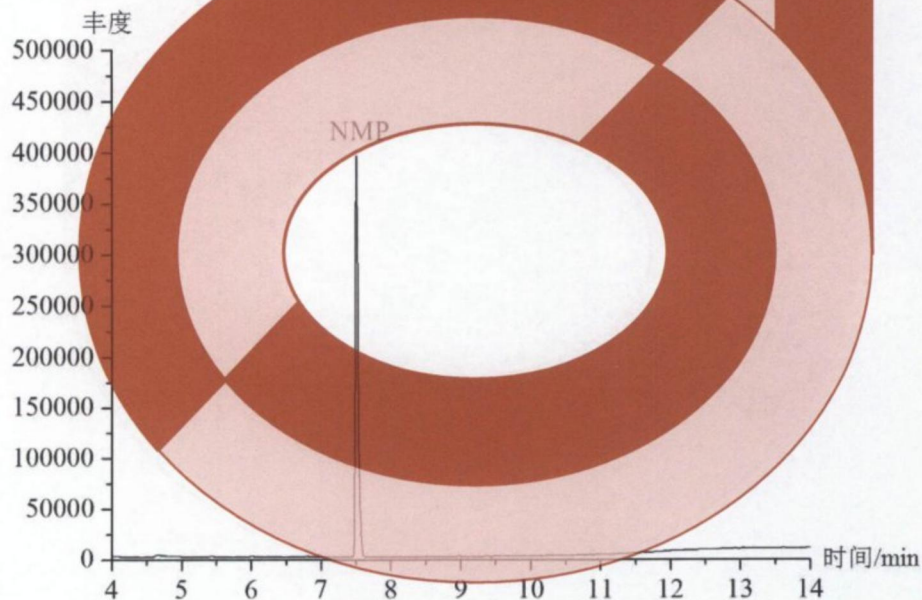


图 A.1 N-甲基吡咯烷酮的选择离子扫描色谱图

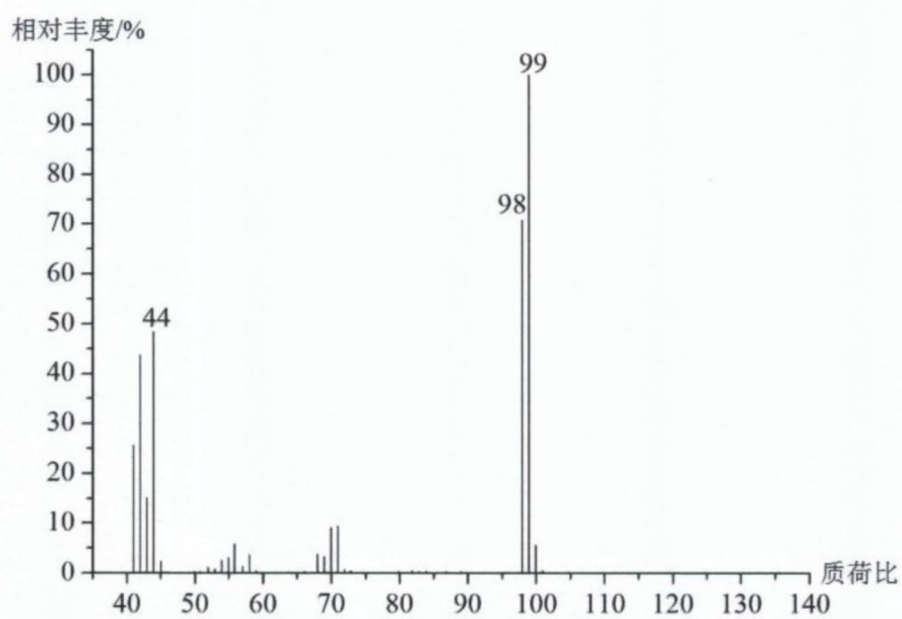


图 A.2 N-甲基吡咯烷酮质谱图