



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5158—2017

人造革合成革试验方法 二甲基甲酰胺含量的测定

Test method of artificial leather and synthetic leather –

Test of quantitatively determine dimethylformamide

2017-07-07 发布

2018-01-01 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。

本标准由全国塑料制品标准化技术委员会（SAC/TC 48）归口。

本标准主要起草单位：浙江禾欣新材料有限公司。

本标准参与起草单位：嘉兴学院、嘉兴市出入境检验检疫局、无锡双象超纤材料股份有限公司、昆山阿基里斯人造皮有限公司、上海华峰超纤材料股份有限公司、安徽安利材料科技股份有限公司、福建华阳超纤有限公司。

本标准主要起草人：徐一剡、周志军、顾志豪、陈永、陈洁、张晓峰、金梅、赵建明。

本标准为首次发布。

人造革合成革试验方法 二甲基甲酰胺含量的测定

1 范围

本标准规定了测定人造革合成革二甲基甲酰胺含量的2种试验方法，萃取法（A法）和离子液法（B法）。

本标准适用于对人造革、合成革进行二甲基甲酰胺含量测定的试验。

本标准规定了萃取法（A法）为仲裁法。

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—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 萃取法（A法）

3.1 试剂和材料

3.1.1 甲醇，色谱纯。

3.1.2 N,N-二甲基甲酰胺标准品，已知质量分数 $\geq 99.9\%$ 。

3.1.3 N,N-二甲基甲酰胺标准溶液，1 000 mg/L，用N,N-二甲基甲酰胺标准品和甲醇配制，在0℃~4℃下储存备用。

3.2 仪器和设备

3.2.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）。

3.2.2 自动进样瓶。

3.2.3 容量瓶，容量100 mL。

3.2.4 具塞提取瓶，容量100 mL。

3.2.5 分析天平，感量为0.1 mg。

3.2.6 超声波清洗仪。

3.2.7 微孔滤膜，孔径0.45 μm ，有机相。

3.3 试样制备

在距产品边缘至少50 mm处裁取样品并剪碎成约5 mm×5 mm的碎片，用分析天平称取1 g作为试样，精确至0.01 g。

将试样放入具塞提取瓶中，加入25 mL甲醇，盖紧盖子，放入（40±2）℃水浴的超声波清洗仪中振荡3 h，将提取液经微孔滤膜过滤后转移至气相色谱-质谱联用仪自动进样瓶中待用。

3.4 试验步骤

3.4.1 气相色谱条件

下述色谱条件是典型的，不同型号的仪器可对给出的色谱条件做调整以获得最佳效果：

- a) 色谱柱：Rtx-5MS 30.00 m×0.25 μm ×0.25 mm；
- b) 进样口温度：200℃；
- c) 进样方式：不分流进样；
- d) 载气：氦气（He），纯度 $\geq 99.999\%$ ；
- e) 流量：1.0 mL/min；

- f) 柱温: 初始温度 50 ℃ 保持 2 min, 然后以 10 K/min 速度升至 120 ℃, 保持 3 min, 以 20 K/min 速度升至 210 ℃, 保持 5 min;
- g) 进样量: 1.0 μL。

3.4.2 质谱条件

下述质谱条件是典型的, 不同型号的仪器可对给出的质谱条件做调整以获得最佳效果:

- a) 离子源: EI;
- b) 轰击能量: 70 eV;
- c) 质量扫描范围: 40 m/z~150 m/z;
- d) 传输线温度: 220 ℃;
- e) 检测器温度: 200 ℃。

3.4.3 定性分析

在稳定气相色谱-质谱联用仪基线的条件下, 从自动进样瓶注入1.0 μL待测溶液(3.3), 获得试样的色谱图, 根据色谱峰保留时间定性判断试样中是否有目标物。若定性判断无目标物, 则无需以下步骤, 色谱图见附录A。

3.4.4 定量分析

3.4.4.1 标准工作曲线的制备

取适量的N,N-二甲基甲酰胺标准溶液, 用甲醇分级稀释成浓度分别为20.0 μg/mL、10.0 μg/mL、5.0 μg/mL、1.0 μg/mL、0.2 μg/mL的标准工作溶液, 经0.45 μm微孔滤膜过滤后分别转移至气相色谱-质谱联用仪自动进样瓶中待用。

在稳定气相色谱-质谱联用仪基线的条件下, 从自动进样瓶分别注入1.0 μL系列浓度标准工作溶液, 记录色谱峰面积, 绘制标准工作曲线。

3.4.4.2 试样的测定

在稳定气相色谱-质谱联用仪基线的条件下, 从自动进样瓶注入1.0 μL待测溶液(3.3), 记录色谱峰面积, 并从标准工作曲线查得 N,N-二甲基甲酰胺的浓度。

注: 若试样提取液测得的色谱峰面积超过标准工作曲线的线性范围, 宜适当稀释试样提取液。

3.5 结果计算

用公式(1)计算试样中N,N-二甲基甲酰胺的含量:

$$W_i = \frac{A_i \times \rho_s \times V}{A_s \times m} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- W_i —— 试样中N,N-二甲基甲酰胺的含量, 单位为毫克/千克 (mg/kg);
- A_i —— 试样中N,N-二甲基甲酰胺的峰面积数值;
- ρ_s —— 标准工作溶液中N,N-二甲基甲酰胺的浓度, 单位为毫克/升 (mg/L);
- V —— 试样的定容体积, 单位为毫升 (mL);
- A_s —— 标准工作溶液中N,N-二甲基甲酰胺的峰面积数值;
- m —— 试样的质量, 单位为克 (g);
- f —— 稀释因子。

取两次试验结果的算术平均值作为试验结果, 计算结果按GB/T 8170—2008的规定修约至0.1 mg/kg, 两次平行试验结果的差值与平均值之比应小于10%。

3.6 检出限和精密度

本方法的定量检出限为5.0 mg/kg, 相对标准偏差小于10%。

4 离子液法 (B 法)

4.1 试剂和材料

4.1.1 离子液: N-正丁基-N-甲基咪唑四氟硼酸盐, 已知质量分数 $\geq 99.9\%$ 。

4.1.2 N,N-二甲基甲酰胺标准品: 已知质量分数 $\geq 99.9\%$ 。

4.1.3 N,N-二甲基甲酰胺标准溶液, 30 mg/L, 用 N,N-二甲基甲酰胺标准品和离子液配制, 在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下储存备用。

4.2 仪器和设备

4.2.1 气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS), 配备顶空进样器。

4.2.2 顶空瓶。

4.2.3 容量瓶, 容积 100 mL。

4.2.4 具塞提取瓶, 容积 100 mL。

4.2.5 分析天平, 感量为 0.1 mg。

4.2.6 超声波清洗仪。

4.2.7 微孔滤膜: 孔径 $0.45\text{ }\mu\text{m}$, 有机相。

4.3 试样制备

在距产品边缘至少 50 mm 处裁取样品并剪碎成约 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 的碎片, 用分析天平称取 5 g 作为试样, 精确至 0.01 g。

将试样放入具塞提取瓶中, 加入 55 mL 离子液, 盖紧盖子, 放入 $(70\pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴的超声波清洗仪中振荡 1 h, 将提取液经微孔滤膜过滤后转移 1 mL 至气相色谱-质谱联用仪顶空瓶中待用。

4.4 试验步骤

4.4.1 气相色谱条件

下述色谱条件是典型的, 不同型号的仪器可对给出的色谱条件做调整以获得最佳效果:

- 顶空瓶: 加热温度 $135\text{ }^{\circ}\text{C}$, 加热平衡时间 60 min;
- 色谱柱: HP-5MS $30.00\text{ m}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}\times 0.50\text{ }\mu\text{m}$;
- 进样口温度: $200\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 进样方式: 分流进样, 分流比 1:20;
- 载气: 氦气 (He), 纯度 $\geq 99.999\%$;
- 流量: 1.0 mL/min ;
- 柱温: 初始温度 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min, 然后以 12 K/min 速度升至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持 4 min;
- 进样时间: 1 min。

4.4.2 质谱条件

下述质谱条件是典型的, 不同型号的仪器可对给出的质谱条件做调整以获得最佳效果:

- 离子源: EI;
- 轰击能量: 70 eV;
- 质量扫描范围: $40\text{ m/z}\sim 150\text{ m/z}$;
- 传输线温度: $250\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 检测器温度: $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.3 定性分析

在稳定气相色谱-质谱联用仪基线的条件下, 从顶空瓶注入待测溶液 (4.3), 获得试样的色谱图, 根据色谱峰保留时间定性判断试样中是否有目标物。若定性判断无目标物, 则无需以下步骤, 色谱图见附录 B。

4.4.4 定量分析

4.4.4.1 标准工作曲线的制备

取适量的N,N-二甲基甲酰胺标准溶液，用离子液分级稀释成浓度分别为15.000 0 mg/L、7.500 0 mg/L、3.750 0 mg/L、1.875 0 mg/L、0.937 5 mg/L的标准工作溶液，经0.45 μm微孔滤膜过滤后分别转移1 mL至气相色谱-质谱联用仪顶空瓶中待用。

在稳定气相色谱-质谱联用仪基线的条件下，从顶空瓶分别注入系列浓度标准工作溶液，记录色谱峰面积，绘制标准工作曲线。

4.4.4.2 试样的测定

在稳定气相色谱-质谱联用仪基线的条件下，从顶空瓶注入待测溶液（4.3），记录色谱峰面积，并从标准工作曲线查得 N,N-二甲基甲酰胺的浓度。

注：若试样提取液测得的色谱峰面积超过标准工作曲线的线性范围，宜适当稀释试样提取液。

4.5 结果计算

用公式（2）计算试样中的N,N-二甲基甲酰胺含量：

$$W_i = \frac{A_i \times \rho_s \times V}{A_s \times m} \times f \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- W_i —— 试样中N,N-二甲基甲酰胺的含量，单位为毫克/千克（mg/kg）；
- A_i —— 试样中N,N-二甲基甲酰胺的峰面积数值；
- ρ_s —— 标准工作溶液中N,N-二甲基甲酰胺的浓度，单位为毫克/升（mg/L）；
- V —— 试样的定容体积，单位为毫升（mL）；
- A_s —— 标准工作溶液中N,N-二甲基甲酰胺的峰面积数值；
- m —— 试样的质量，单位为克（g）；
- f —— 稀释因子。

取两次试验结果的算术平均值作为试验结果，计算结果按GB/T 8170—2008的规定修约至0.1 mg/kg，两次平行试验结果的差值与平均值之比应小于10%。

4.6 检出限和精密度

本方法的定量检出限为10.0 mg/kg，相对标准偏差小于10%。

5 试验报告

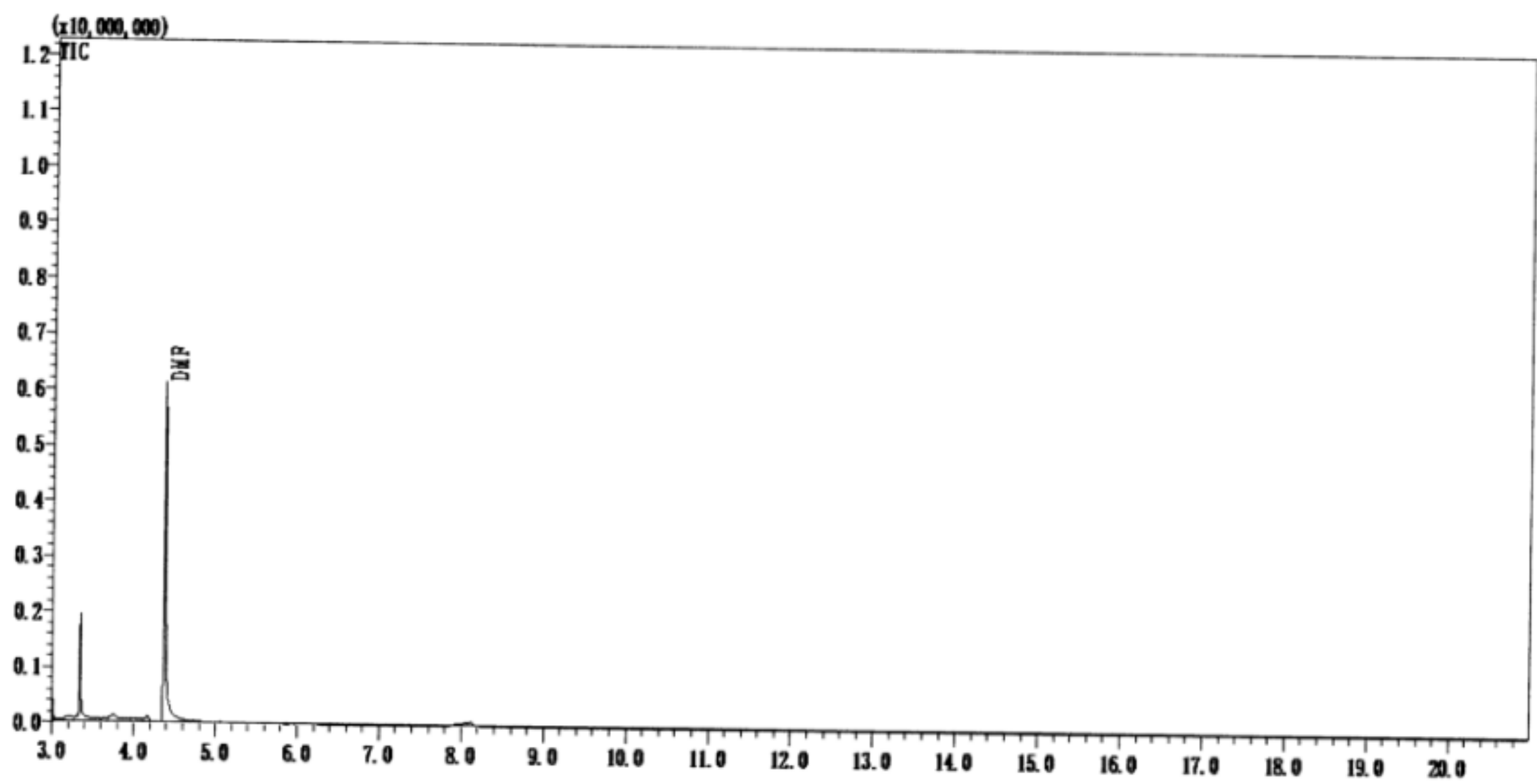
试验报告至少应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 试样名称、规格和生产厂家；
- c) 所选用的试验方法；
- d) 试验结果；
- e) 试验日期、试验人员；
- f) 其他需说明的事项。

附 录 A
(规范性附录)
萃取法 (A 法) 色谱图

表A.1 萃取法 (A 法) 的定性

目标物	保留时间/min
N,N-二甲基甲酰胺	4.4



图A.1 萃取法 (A 法) 色谱图

附 录 B
(规范性附录)
离子液法 (B 法) 色谱图

表 B.1 离子液法 (B 法) 的定性

目标物	保留时间/min
N,N-二甲基甲酰胺	3.7

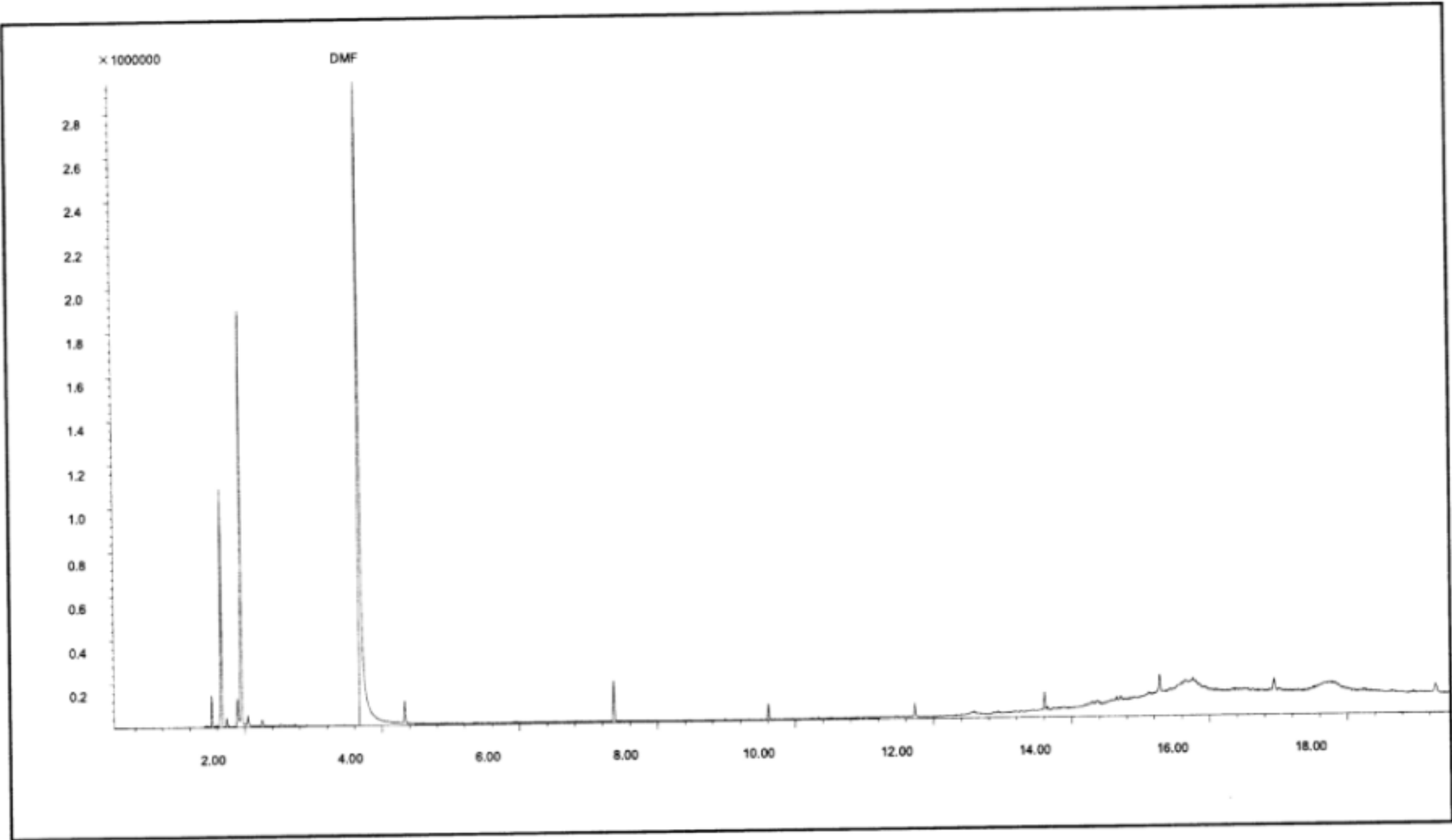


图 B.1 离子液法 (B 法) 色谱图