

ICS 61.060
Y 78



中华人民共和国国家标准

GB/T 35531—2017

胶鞋 苯乙酮含量试验方法

Rubber shoes—Determination of acetophenone content

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会胶鞋分技术委员会(SAC/TC 35/SC 9)归口。

本标准起草单位：茂泰(福建)鞋材有限公司、莆田市标龙设备设计中心、三六一度(中国)有限公司、晋江成昌鞋业有限公司、泉州鑫泰鞋材有限公司、远宏(福建)实业有限公司、泉州市标准化协会、广州必维技术检测有限公司、上海回力鞋业有限公司、福建省正基检测技术有限公司、昆山出入境检验检疫局、上海市质量监督检验技术研究院。

本标准主要起草人：林清山、罗显发、周利英、杜英英、侯朝辉、马燕红、陈芹、陈元水、庄辉煌、吴天赐、李华伟、冯伟钊、许春树、林志杰、叶永乐、闫肃。

胶鞋 苯乙酮含量试验方法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了胶鞋和胶鞋材料中苯乙酮的气相色谱-质谱法的测定方法。

本标准适用于胶鞋和胶鞋材料中苯乙酮含量的测定。

2 方法原理

采用丙酮超声波提取样品中的苯乙酮,用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定,采用选择离子进行确认,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 丙酮:色谱纯。

3.2 苯乙酮标准物质: CAS号 98-86-2,纯度 $\geq 99\%$ 。

3.3 样品瓶:容积为 40 mL,PTFE/Silica 瓶垫,密封性好。

3.4 一次性使用无菌注射器:容积为 2 mL。

3.5 针式过滤器:0.45 μm 有机滤膜。

3.6 苯乙酮标准溶液,1 000 mg/L:称取苯乙酮标准品 0.01 g(精确至 0.1 mg)于 10 mL 容量瓶,用色谱纯丙酮溶解并定容至刻度,摇匀,配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准溶液。

注:此溶液用棕色储液瓶封装,在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,有效期为 12 个月。

3.7 苯乙酮标准储备液,100 mg/L:移取 1.0 mL 浓度为 1 000 mg/L 的苯乙酮标准溶液于 10 mL 容量瓶,用色谱纯丙酮溶解并定容至刻度,摇匀,配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液。

注:此溶液用棕色储液瓶封装,在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,有效期为 3 个月。

3.8 苯乙酮标准储备液,10 mg/L:移取 1.0 mL 浓度为 100 mg/L 的苯乙酮标准溶液于 10 mL 容量瓶,用色谱纯丙酮溶解并定容至刻度,摇匀,配制成浓度为 10 mg/L 的标准储备液。

注:此溶液用棕色储液瓶封装,在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,有效期为 1 个月。

3.9 苯乙酮标准工作液:根据样品中苯乙酮的含量,逐级稀释配制浓度为 0.05 mg/L、0.10 mg/L、1.0 mg/L、0.50 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L 的标准工作溶液。0.05 mg/L~1.0 mg/L 为低浓度溶液,0.5 mg/L~10 mg/L 为高浓度溶液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):EI 源。

4.2 色谱柱:毛细色谱柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ,DB-5MS 石英毛细管柱或相当者)。

4.3 超声波发生器:带有温控器。

4.4 分析天平:精确至 0.1 mg。