



中华人民共和国国家标准

GB/T 27730—2011

玩具产品中富马酸二甲酯含量的测定 气相色谱-质谱联用(GC-MS)法

Determination of dimethyl fumarate in toys—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2011-12-30 发布

2012-07-01 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。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国玩具标准化技术委员会(SAC/TC 253)归口。

本标准起草单位:深圳市计量质量检测研究院、广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心玩具实验室、深圳市华测检测有限公司、江苏天瑞仪器股份有限公司、国家日用小商品质量监督检验中心、宁波出入境检验检疫局轻工产品检测中心、北京中轻联认证中心。

本标准主要起草人:杨万颖、凌萍、黄理纳、蚁乐洲、陈德文、阮建苗、朱平、郑建明、姚栋梁。

玩具产品中富马酸二甲酯含量的测定

气相色谱-质谱联用(GC-MS)法

警告——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

本标准规定了玩具产品中富马酸二甲酯含量的气相色谱-质谱联用检测方法。

本标准适用于玩具产品中皮革、纺织品、木材等材料中的富马酸二甲酯残留和干燥剂中富马酸二甲酯含量测定。其他材料可参照执行。

2 原理

采用乙酸乙酯对试样中的富马酸二甲酯进行超声萃取,萃取液过滤后浓缩定容,用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定,采用选择离子进行定性,内标法定量。

3 试剂和材料

3.1 乙酸乙酯,分析纯。

3.2 富马酸二甲酯标准物质(dimethyl fumarate,简称DMF)(CAS No.:624-49-7):质量分数不低于99.0%。

3.3 内标物:丙二酸二甲酯(dimethyl malonate,简称DMM)(CAS No.:108-59-8),质量分数不低于99%;或丙二酸二乙酯(diethyl malonate,简称DEM)(CAS No.:105-53-3),质量分数不低于99%。

3.4 DMF标准储备溶液:准确称取0.1g(精确至0.0001g)的DMF标准物(3.2),用乙酸乙酯(3.1)定容至100mL,配制成浓度为1000mg/L的标准储备溶液。

3.5 内标储备溶液:准确称取0.1g(精确至0.0001g)的DMM或DEM(3.3),用乙酸乙酯(3.1)定容至100mL,配制成浓度为1000mg/L的标准储备溶液。

注1:本标准选择了两种内标物,均可用于定量检测,在实际检测时,可任选其中一种内标进行。

注2:标准物和内标物储备溶液宜在0℃~4℃冰箱中保存,有效期3个月。

3.6 内标工作溶液:将内标储备溶液(3.5)稀释配制浓度在0.05mg/L~10.00mg/L之间的内标工作溶液。

3.7 标准工作溶液:将DMF标准储备溶液(3.4)稀释配制浓度在0.005mg/L~5.00mg/L之间的富马酸二甲酯标准工作溶液,各工作溶液在配制过程中添加内标工作溶液(3.6),并使其内标物浓度与待测试样中内标物浓度接近。

注:内标工作溶液和标准工作溶液宜在0℃~4℃中保存,有效期1个月。

3.8 中性氧化铝固相萃取柱:1000mg/6mL。

4 设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):带EI源。