

ICS 61.060
Y 78



中华人民共和国国家标准

GB/T 38349—2019

胶鞋、运动鞋 *N*-甲基吡咯烷酮含量的测定

Determination of *N*-methyl pyrrolidone in rubber shoes and sports footwear

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局
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(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:上海市质量监督检验技术研究院、福建华峰运动用品科技有限公司、厦门中迅德检测技术股份有限公司、乔丹体育股份有限公司、广州必维技术检测有限公司、瑞安市大虎鞋业有限公司、台州宝利特鞋业有限公司、厦门瑞德利校准检测技术有限公司、泉州市晋科技术检测有限公司、晋江市质量计量检测所。

本标准主要起草人:许春树、杜英英、方华玉、蔡志杰、李海洪、费国平、冯伟钊、张志雷、陈志国、邓其磬、吕培其、李天源、李海燕、罗显发、马燕红。

胶鞋、运动鞋 N-甲基吡咯烷酮含量的测定

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、运动鞋中 N-甲基吡咯烷酮的气相色谱-质谱法的测定方法。

本标准适用于胶鞋、运动鞋中皮革、合成革、人造革、纺织材料等中的 N-甲基吡咯烷酮含量的测定。

2 方法原理

试样用甲醇超声提取,提取液经滤膜过滤后,用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)进行测定,采用选择离子进行确认,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 N-甲基吡咯烷酮标准物质: CAS 号 872-50-4,纯度 $\geq 99\%$ 。

3.3 玻璃样品瓶: 40 mL,密封性好。

3.4 一次性无菌注射器: 2 mL。

3.5 有机相针式过滤器: 孔径 0.22 μm 。

3.6 N-甲基吡咯烷酮标准溶液, 1 000 mg/L: 准确称取 10 mg N-甲基吡咯烷酮标准物质于 10 mL 容量瓶中,用甲醇(3.1)溶解并定容至刻度,得到 1 000 mg/L 的标准溶液。

注: 此溶液用棕色储液瓶封装,在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,有效期 12 个月。

3.7 N-甲基吡咯烷酮标准储备溶液, 20 mg/L: 移取 0.5 mL 浓度为 1 000 mg/L 的 N-甲基吡咯烷酮标准溶液(3.6)至 25 mL 容量瓶中,用甲醇(3.1)定容至刻度,得到 20 mg/L 的标准储备溶液。

注: 此溶液用棕色储液瓶封装,在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,有效期 3 个月。

3.8 N-甲基吡咯烷酮标准工作溶液: 取 5 个 10 mL 容量瓶,分别加入 0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL 和 5 mL 浓度为 20 mg/L 的 N-甲基吡咯烷酮标准储备溶液(3.7),用甲醇(3.1)定容至刻度,得到浓度分别为 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L 和 10 mg/L 标准工作溶液,与 20 mg/L 的 N-甲基吡咯烷酮标准储备液(3.7)组成六个不同浓度的标准工作溶液。

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: 毛细管色谱柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm , DB-WAX 柱或相当者)。

4.3 分析天平: 精度 0.1 mg。

4.4 超声波发生器: 配有控温器,功率不低于 200 W。

4.5 可调移液器: 容积可调,量程 50 μL ~200 μL , 200 μL ~1 000 μL , 0 mL~5 mL, 0 mL~10 mL。

4.6 容量瓶: 10 mL、25 mL。