

皮革中富马酸二甲酯的测定 GB/T26713-2011

1、适用范围

适用于鞋类和鞋类部件中富马酸二甲酯的测定。（本实验样品为皮革样）

参考标准《GB/T 26713-2011 鞋类化学试验方法富马酸二甲酯(DMF) 的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：精密称取富马酸二甲酯标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4℃保存。
- 2) 标准工作液：准确移取标准贮备液 1mL，用乙酸乙酯稀释至 10mL，配置成 10μg/mL 的混合标准工作液，于 4℃保存。

3、提取步骤

称取 2.5g 样品于 50mL 离心管中，用 20mL 乙酸乙酯溶液，涡旋，超声 10min，移取上清液于鸡心瓶中，再用 20mL，10mL 乙酸乙酯提取两次，合并三次上清液，40℃水浴旋转至剩余 1mL，待净化。

4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Alumina-N, 1000mg/6mL

活化：5mL 甲醇，5mL 乙酸乙酯，弃去



上样：待净化液全部上样，收集于 5mL 容量瓶中；

洗脱：乙酸乙酯洗脱并定容至 5mL，合并流出液，最后压干小柱，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：2.5g 样品中加入 0.05mL 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 5mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 0.1 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 60 $^{\circ}$ C，以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 100 $^{\circ}$ C；再以 25 $^{\circ}$ C/min 升温至 280 $^{\circ}$ C，保持 10min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV



传输线温度	280℃
离子源温度	250℃
四极杆温度	150℃
监测方式	113、59、89
溶剂延迟	6min

7、色谱图或者加标回收率结果

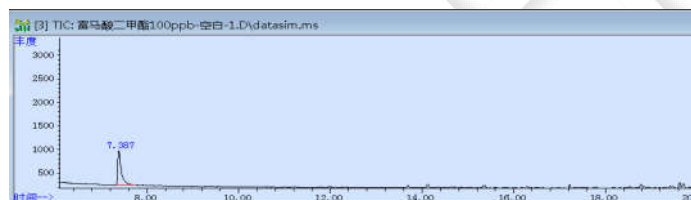


图 1.富马酸二甲酯 0.1 µg/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
富马酸二甲酯	7.387	M	0.08	35353	7.313	7.623

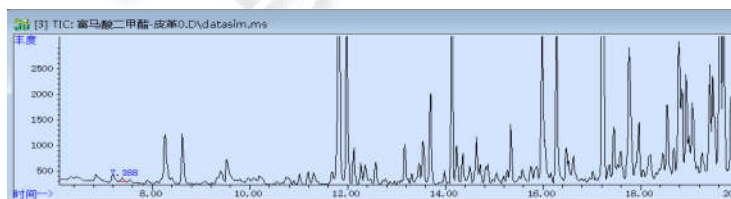


图 2.皮革样品空白图谱

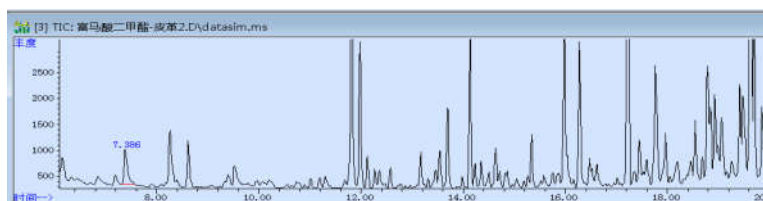


图 3.皮革样品加标 0.2mg/kg 图谱



表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
富马酸二甲酯	0.2mg/kg	81%	4.13%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20007	Welchrom SPE 柱	Welchrom Alumina-N,1g/6ml,30pk
00824-31001	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100 套
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃 100 个
03904-22001	气相毛细管柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25μm
00837-05006	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
	富马酸二甲酯	CAS 号: 624-49-7

