



中华人民共和国国家标准

GB/T 34436—2017

玩具材料中甲酰胺测定 气相色谱-质谱联用法

Determination of formamide in toy materials—Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

2017-10-14 发布

2018-05-01 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、必维申美商品检测(上海)有限公司、好孩子儿童用品有限公司、江苏亿科检测技术服务有限公司、广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心玩具婴童用品实验室、上海市质量监督检验技术研究院、深圳出入境检验检疫局玩具检测技术中心、威凯检测技术有限公司、江苏出入境检验检疫局轻工产品与儿童用品检测中心、福建省产品质量检验研究院、中国上海进出口玩具检测中心、浙江省质量检测科学研究院、北京中轻联认证中心。

本标准主要起草人:赵彦、张曜、柯灯明、胡爱生、蚁乐洲、孙多志、董夫银、夏庆云、程玉龙、陈伟、于文佳、廖上富、徐董育。

玩具材料中甲酰胺测定

气相色谱-质谱联用法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质谱联用法检测玩具产品乙烯-乙酸乙烯酯共聚物(EVA)材料中甲酰胺的检测方法。

本标准适用于玩具 EVA 材料中的甲酰胺含量的测定。

2 原理

将制备好的样品用一定体积的甲醇超声萃取,溶液经过滤后,用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

3.1 甲酰胺(CAS号75-12-7)标准物质:质量分数不小于99%。

3.2 甲醇:色谱纯及以上。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):配有电子轰击源(EI)。

4.2 超声波发生器:温度精度为 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.3 电子天平:精度0.1 mg。

4.4 反应瓶:配有密封盖,体积适当,如20 mL的顶空瓶。

4.5 有机相过滤膜:孔径0.45 μm 。

5 试样的制备

用机械的方法从玩具样品上获得EVA材料试样,选取试样中代表性区域,将样品裁剪成不大于5 mm \times 5 mm \times 5 mm尺寸的颗粒。

6 试料

称取约0.25 g试样,精确到1 mg。迅速装入反应瓶(4.4)中,准确加入10 mL甲醇(3.2),密封,将试样充分浸润后,置于超声波发生器(4.2)中超声萃取,在萃取过程中保持超声水浴温度为 $(55\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$,总萃取时间3.5 h;水浴的液面高度应不低于反应瓶内液面。每0.5 h将反应瓶拿出,振荡,摇匀。在室温下将萃取液用过滤膜(4.5)过滤至色谱瓶中,待测。

注:甲酰胺含量较高的样品($\geq 1\ 000\ \text{mg/kg}$)可适当减少称样量以及增加萃取溶液的体积。