



中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T 01148—2019

纺织品 己二酸二酰肼的测定 液相色谱-串联质谱法

Textiles—Determination of adipicdihydrazide—Method using LC-MS/MS

2019-05-02 发布

2019-11-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位:深圳市计量质量检测研究院、安莉芳(中国)服装有限公司、安徽红爱实业股份有限公司、中纺标检验认证股份有限公司、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:张海煊、林紫威、斯颖、陶进雄、王天博、夏威、王蕊、曹海辉。

纺织品 己二酸二酰肼的测定

液相色谱-串联质谱法

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

本标准规定了采用液相色谱-串联质谱仪(LC-MS/MS)测定纺织品中己二酸二酰肼(ADH)的方法。

本标准适用于各类纺织产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

纺织产品中的己二酸二酰肼用水超声提取,提取液经滤膜过滤后,采用液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 水:前处理用水为符合 GB/T 6682 规定的三级水,分析仪器用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 甲酸:色谱纯。

4.4 己二酸二酰肼标准品:纯度 $\geq 96.0\%$ (CAS号:1071-93-8)。

4.5 滤膜:水相,孔径为 $0.22\ \mu\text{m}$ 。

5 仪器与设备

5.1 液相色谱-串联质谱仪(LC-MS/MS):配有电喷雾离子源。

5.2 天平:分度值为 $0.000\ 1\ \text{g}$,分度值为 $0.01\ \text{g}$ 。

5.3 超声波发生器:水浴能控制温度 $(80\pm 5)^{\circ}\text{C}$,工作频率为 $35\ \text{kHz}\sim 45\ \text{kHz}$ 。

5.4 反应瓶:具密封塞,容积为 $40\ \text{mL}\sim 60\ \text{mL}$ 。

5.5 移液管:容积为 $1\ \text{mL}$, $2\ \text{mL}$, $5\ \text{mL}$, $10\ \text{mL}$, $25\ \text{mL}$ 。

5.6 容量瓶:容积为 $10\ \text{mL}$, $25\ \text{mL}$, $50\ \text{mL}$ 。

6 测定步骤

6.1 标准溶液的配制

6.1.1 标准储备溶液

准确称取 0.012 5 g 己二酸二酰肼标准物质(4.4),用水(4.1)定容至 25 mL,配制成质量浓度约为 500 mg/L 的标准储备溶液。

注:标准储备溶液在 0℃~4℃冰箱中保存有效期为 6 个月。

6.1.2 标准工作溶液

以水(4.1)为溶剂,根据需要使用标准储备溶液(6.1.1)逐级稀释成适当质量浓度的系列标准工作溶液,选择至少 5 个标准溶液质量浓度梯度绘制工作曲线,用 LC-MS/MS 分析。

注:标准工作溶液在 0℃~4℃冰箱中保存的有效期为 1 个月。

6.2 试样的前处理

取代表性的纺织样品,剪成约 5 mm×5 mm 以下的碎片,混匀。

称取 1 g(精确至 0.01 g)剪碎的试样装入反应瓶(5.4)中,用移液管(5.5)准确加入 25 mL 水(4.1),密闭混匀后,在(80±5)℃的超声波发生器(5.3)中超声提取(90±2)min,冷却至室温,用水系滤膜(4.5)过滤后,供 LC-MS/MS 测定和确证。

6.3 测定

6.3.1 定性分析

在相同试验条件下,样品中待测物与同时检测的标准物质具有相同的保留时间,且样品谱图中,各组分定性离子的相对丰度与质量浓度接近的标准溶液谱图中对应的定性离子进行比较,若偏差不超过表 1 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的被测物。用 LC-MS/MS 测定己二酸二酰肼的参数示例见附录 A;标准物质的色谱图和质谱图见附录 B。

表 1 定性离子相对丰度的允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

6.3.2 定量分析

以目标化合物的定量离子峰面积为纵坐标,以目标化合物的质量浓度为横坐标作标准工作曲线,按照外标法进行定量计算。标准工作溶液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内,如果含量超过标准曲线范围,应用水(4.1)稀释到适当浓度后分析。用 LC-MS/MS 测定己二酸二酰肼的参数示例见附录 A;标准物质的色谱图和质谱图见附录 B。

7 空白试验

除不加试样外,按上述 6.2~6.3 测定步骤进行。

8 结果计算

8.1 计算

按式(1)计算己二酸二酰肼的含量:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times F}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中被测组分含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c —— 从标准工作曲线得到的被测组分溶液质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c₀ —— 从标准工作曲线得到的空白试验溶液质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- F —— 提取溶液稀释倍数;
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

8.2 结果表示

结果保留至小数点后一位。结果低于检出低限时,试验结果为未检出。

9 检出低限

本方法的检出低限为 5.0 mg/kg。

10 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试,获得的两次独立测试结果绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

11 试验报告

试验报告应包含下列内容:

- a) 本标准编号;
- b) 样品描述;
- c) 试验条件;
- d) 试验结果;
- e) 任何偏离本标准的细节。

附录 A

(资料性附录)

LC-MS/MS 检测参数示例

由于测试条件取决于所使用的仪器,因此不能给出液相色谱-串联质谱分析的普遍参数。下列参数已被证明对测试是合适的:

a) 色谱条件:

- 1) 色谱柱:Proshell 120 Hilic 柱,2.7 μm ,3.0 mm \times 100 mm 或相当色谱柱;
- 2) 流动相 A:0.1%甲酸溶液(体积分数);流动相 B:乙腈;
- 3) 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;
- 4) 流速:0.3 mL/min;
- 5) 进样量:1 μL ;
- 6) 梯度洗脱程序:见表 A.1。

表 A.1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	递变方式
0	80	20	线性
2	80	20	线性
2.5	30	70	线性
3	30	70	线性
3.5	80	20	线性
4.5	80	20	线性

b) 质谱条件:

- 1) 毛细管电压:3 000 V;
- 2) 鞘气(N_2):流速为 11 L/min;
- 3) 干燥气(N_2):流速为 14 L/min;
- 4) 雾化器压力:138 kPa(20 psi);
- 5) 喷嘴电压:1 500 V;
- 6) 离子化方式:正离子扫描;
- 7) 监测离子对信息,碰撞能量等信息见表 A.2。

表 A.2 目标化合物的监测离子对和碰撞能量

化合物名称	监测离子对(m/z)	碰撞能量/eV
己二酸二酞肼	175.2/143.1*	9
	175.2/115.0	15

注:带*的离子为定量离子对;对于不同的质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。

附 录 B
(资料性附录)
己二酸二酰肼的标准物质 LC-MS/MS 分析谱图

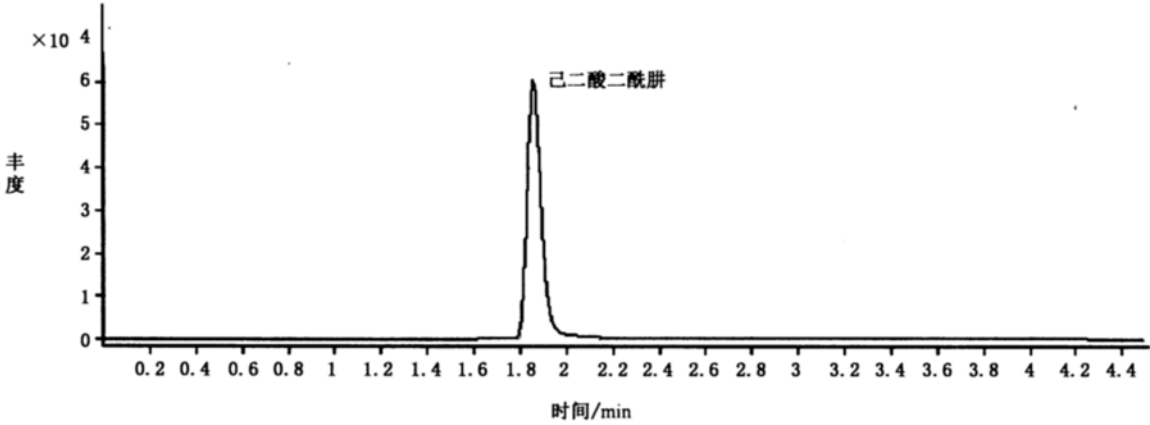


图 B.1 己二酸二酰肼标准物质的多反应监测离子流图(MRM)

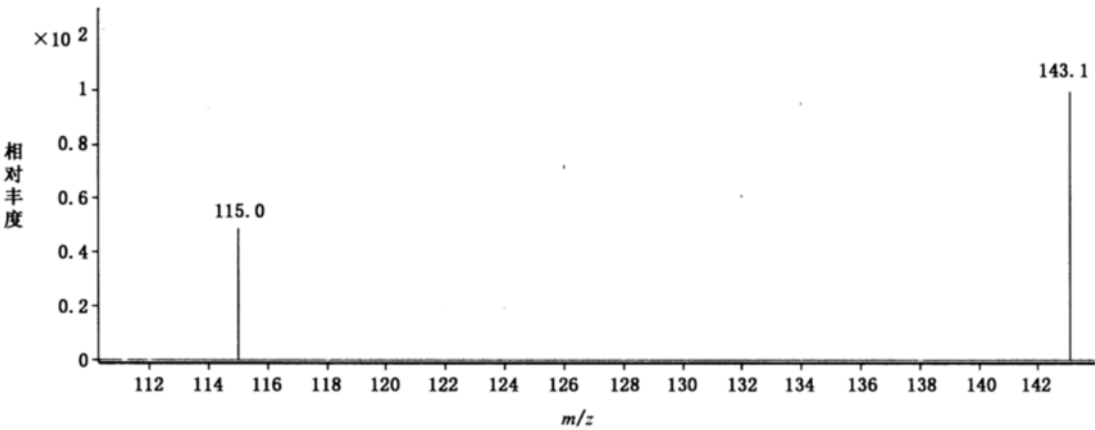


图 B.2 己二酸二酰肼标准物质的二级离子质谱图