



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.19—2015

烟花爆竹用烟火药剂 第 19 部分： 没食子酸的检测方法 高效液相色谱法

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 19: Determination of gallic acid—
High performance liquid chromatography

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
烟花爆竹用烟火药剂 第 19 部分：
没食子酸的检测方法 高效液相色谱法
SN/T 1732.19—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2016 年 1 月第一版 2016 年 1 月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 • 2-29569 定价 14.00 元

前 言

SN/T 1732《烟花爆竹用烟火药剂》分为 19 个部分：

- 第 1 部分：钡含量的测定；
- 第 2 部分：重铬酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：锌含量的测定；
- 第 4 部分：铜含量的测定；
- 第 5 部分：钛含量的测定；
- 第 6 部分：锶含量的测定；
- 第 7 部分：铅含量的测定；
- 第 8 部分：钠含量的测定；
- 第 9 部分：镁含量的测定；
- 第 10 部分：硫含量的测定；
- 第 11 部分：钾含量的测定；
- 第 12 部分：红磷含量的测定；
- 第 13 部分：硼酸含量的测定；
- 第 14 部分：糊精的定性检测方法；
- 第 15 部分：聚氯乙烯的检测方法；
- 第 16 部分：苦味酸的检测方法 高效液相色谱法；
- 第 17 部分：六氯代苯的检测方法 气相色谱法；
- 第 18 部分：氯化石蜡的检测方法；
- 第 19 部分：没食子酸的检测方法 高效液相色谱法。

本部分为 SN/T 1732 的第 19 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：江放明、肖家勇、谭爱喜、廖秋林、叶美玲、张光辉、江资成、邱丽娜。

烟花爆竹用烟火药剂 第 19 部分： 没食子酸的检测方法 高效液相色谱法

1 范围

SN/T 1732 的本部分规定了烟花爆竹烟火药剂中没食子酸的高效液相色谱测定方法。
本部分适用于烟花爆竹烟火药剂中没食子酸及没食子酸盐的测定。

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 15813 烟花爆竹成型药剂 样品分离和粉碎

3 方法提要

烟火药剂样品中的没食子酸用甲醇-水溶液提取,在酸性条件下用高效液相色谱法测定,根据保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除特殊规定外,所有试剂均为分析纯。

4.1 没食子酸标准品。

4.2 盐酸。

4.3 冰醋酸。

4.4 甲醇:色谱纯。

4.5 没食子酸标准储备溶液:准确称取适量的没食子酸标准品(精确至 0.000 1 g),用甲醇配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的储备液于棕色容量瓶中,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 低温保存。使用时根据需要用甲醇稀释成适当浓度的标准工作液。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪,配备二极管阵列检测器或相当者。

5.2 分析天平。

5.3 离心机:转速不低于 3 000 r/min。

5.4 快速混匀器。

5.5 刻度离心管:10 mL、20 mL。

5.6 尖嘴吸管。

5.7 有机滤膜:0.45 μm 。

6 分析步骤

6.1 样品制备

烟火药剂样品的制备按 GB/T 15813 进行制样。

6.2 提取

称取 1.000 g(精确至 0.001 g)试样于 10 mL 刻度管中,加入 3 mL 80% 甲醇-水溶液(含 0.15% 的 HCl),在混匀器上混匀 2 min,于 3 000 r/min 下离心 2 min。吸取上清液于 10 mL 刻度管中。将残渣再重复提取 2 次,合并上清液并定容,摇匀,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后供高效液相色谱检测。

6.3 高效液相色谱条件

如下所示:

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱(4.6 mm×250 mm, 5 μ m), 或相当者;
- b) 升温程序: 恒温或程序升温方式;
- c) 流动相: 甲醇-0.1% 冰醋酸水溶液, 梯度洗脱;
- d) 流速: 0.8 mL/min;
- e) 进样量: 10 μ L;
- f) 检测波长: 274 nm。

6.4 定性分析

依据保留时间一致性进行定性识别的方法,根据没食子酸标准样品的保留时间,确定样品中没食子酸的色谱峰(参见附录 A)。必要时采用其他方法进一步定性确证。

6.5 定量测定

以没食子酸标准工作溶液浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对试样进行定量,标准工作溶液和试样溶液中没食子酸的响应值均应在仪器检测的线性范围内。在上述高效液相色谱条件下,没食子酸标准品色谱图参见图 A.1。

6.6 空白试验

除不加试样外,空白试验应与样品测定平行进行,并采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂。

6.7 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按照式(1)计算样品中没食子酸的量,计算结果需扣除空白。

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中没食子酸的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——样液中没食子酸的峰面积;

c_s ——标准工作液中没食子酸的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

A_s ——标准工作液中没食子酸的峰面积;

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

8 回收率

在添加浓度 $0.5\text{ mg/kg}\sim 20\text{ mg/kg}$ 时,回收率在 $89.88\%\sim 96.19\%$ 之间,相对标准偏差小于 10% 。

9 允许差

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10% 。

附录 A
(资料性附录)
没食子酸标准物质的液相色谱图

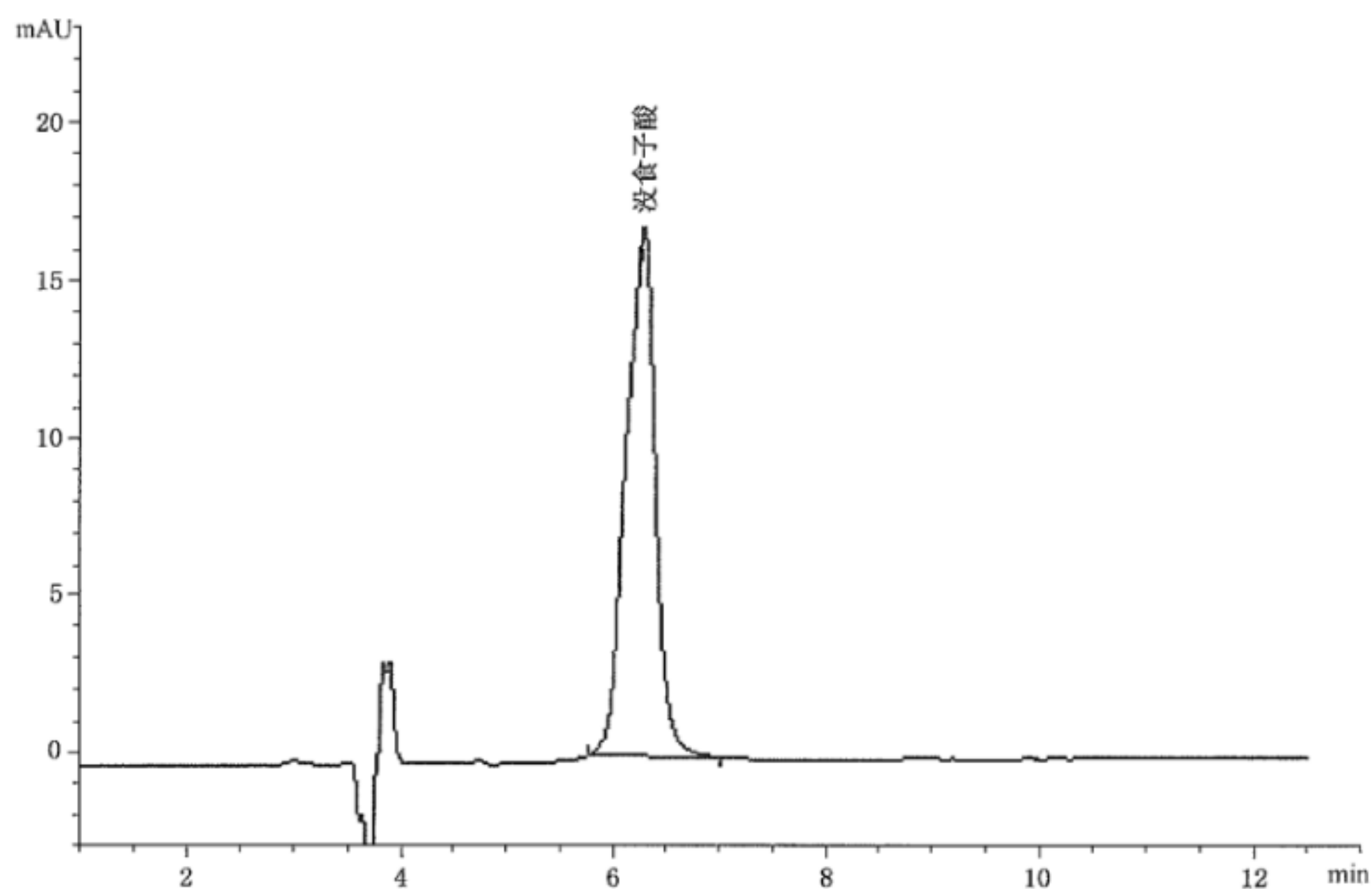


图 A.1 没食子酸标准物质的液相色谱图



SN/T 1732.19-2015

书号:155066 • 2-29569

定价: 14.00 元