



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3127—2012

有机过氧化物配制品中有机过氧化物的 测定 液相色谱法

Determination of organic peroxides in organic peroxide preparation—
Liquid chromatography

2012-05-07 发布

2012-11-16 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
有机过氧化物配制品中有机过氧化物的
测定 液相色谱法

SN/T 3127—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

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 8 千字
2012 年 10 月第一版 2012 年 10 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-24092 定价 14.00 元

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：俞雄飞、马明、黄姣、王巧英、林振兴、王夏天。

有机过氧化物配制品中有机过氧化物的 测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了有机过氧化物配制品中有机过氧化物的液相色谱检测方法。

本标准适用于含量小于 50% 的过氧乙酸、过氧化二异丙苯、异丙苯过氧化氢和过氧化苯甲酰四种有机过氧化物配制品中相应有机过氧化物的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样中有机过氧化物经甲醇-磷酸水溶液溶解过滤后,经液相色谱柱分离后进行柱后衍生化反应,以氯化血红素为催化剂,在氯化铵/氨水缓冲溶液体系下,有机过氧化物将对羟基苯乙酸氧化成能产生荧光的 2,2'-二羟基-联苯-5,5'-二乙酸,采用荧光检测器测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 氯化铵。

4.2 磷酸。

4.3 甲醇,色谱纯。

4.4 氨水(25%~28%)。

4.5 磷酸水溶液(0.001 mol/L):准确称取 0.22 g(精确至 0.001 g)磷酸溶于少量水中,用水定容至 500 mL。

4.6 混合溶液:磷酸水溶液(4.5)-甲醇(20+80,体积比)。

4.7 对羟基苯乙酸:纯度 $\geq 98\%$,CAS:156-38-7。

4.8 氯化血红素:纯度 $\geq 98\%$,CAS:16009-13-5。

4.9 氯化铵/氨水缓冲溶液:准确称取 2.68 g(精确至 0.001 g)氯化铵(4.1)溶于少量水中,加入 30 mL 氨水(4.4)混合,用水定容至 500 mL。

4.10 衍生化试剂:分别准确称取 0.012 2 g(精确至 0.000 1 g)对羟基苯乙酸(4.7),0.005 2 g(精确至 0.000 1 g)氯化血红素(4.8)溶于 1 L 氯化铵/氨水缓冲溶液(4.9),配制成含有 8×10^{-6} mol/L 的氯化血红素和 8×10^{-5} mol/L 的对羟基苯乙酸的氯化铵/氨水缓冲溶液。

4.11 典型有机过氧化物标准品:过氧乙酸、过氧化二异丙苯、异丙苯过氧化氢、过氧化苯甲酰,纯度均 $\geq 98\%$ 。

4.12 典型有机过氧化物标准储备溶液:准确称取各有机过氧化物标准品 0.100 0 g(精确至 0.000 1 g),分别置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.3)溶解并稀释至刻度,混匀。各标准储备溶液的浓度为 1 000 mg/L。在 0℃~4℃保存。

4.13 典型有机过氧化物标准工作溶液:分别移取 0 mL,0.10 mL,0.20 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,5.00 mL 有机过氧化物标准储备溶液(4.12)于 100 mL 容量瓶中,以甲醇(4.3)稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

5.1 高效液相色谱仪,配有可控温度的柱温箱和荧光检测器。

5.2 柱后衍生装置。

5.3 超声波清洗器。

5.4 离心机:12 000 r/min。

5.5 容量瓶:100 mL。

5.6 带刻度的离心试管:10 mL。

5.7 移液管:1 mL,5 mL。

5.8 微孔滤膜:0.5 μm,聚四氟乙烯材质。

6 试样的制备

称取样品 0.5 g(精确至 0.001 g)于带刻度的离心试管(5.6)中,准确加入 5.0 mL 混合溶液(4.6),在超声波清洗器(5.3)中超声振荡 15 min,再放入离心机(5.4)进行离心分离 5 min,取上层清液用微孔滤膜(5.8)过滤。准确移取 1.0 mL 滤液于 100 mL 容量瓶中,用混合溶液(4.6)稀释至刻度,摇匀待用。

7 测定步骤

7.1 液相色谱测定条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出液相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下列给出的参数证明是可行的:

- 色谱柱: C_{18} 柱,250 mm×4.6 mm(i.d.),5 μm 或性能相当者;
- 柱温:2℃;
- 流动相:混合溶液(4.6),使用前经微孔滤膜(5.8)过滤并脱气;
- 流速:0.5 mL/min;
- 进样量:10 μL;
- 荧光检测器:激发波长 310 nm,发射波长 400 nm。

7.2 柱后衍生化条件

柱后衍生化条件如下:

- 衍生化试剂(4.10):含有 8×10^{-6} mol/L 的氯化血红素和 8×10^{-5} mol/L 的对羟基苯乙酸的氯化铵/氨水缓冲溶液;
- 反应管:内径 0.34 mm,长 3 m 的聚四氟乙烯螺线管;
- 反应管温度:30℃;
- 衍生化试剂流速:0.3 mL/min。

7.3 标准曲线的绘制

按照 7.1 和 7.2 所列测定条件,对标准工作溶液(4.13)进行测定,以有机过氧化物浓度为横坐标,单位以 mg/kg 或者 mg/L 表示,以对应有机过氧化物将对羟基苯乙酸氧化产物 2,2'-二羟基-联苯-5,5'-二乙酸的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。2,2'-二羟基-联苯-5,5'-二乙酸典型液相色谱图参见图 A.1。

7.4 试样测定

按照 7.1 和 7.2 所列测定条件,对试样溶液进行测定,每个试样溶液平行进样两次,计算峰面积平均值。在测定标准工作溶液(4.13)与试样溶液的整个过程中确保操作条件一致。采用外标法定量。如果试样中有机过氧化物的含量过高,用混合溶液(4.6)稀释样品溶液至合适的浓度后再进样检测。

8 结果计算

试样中有机过氧化物的含量可由计算机工作站直接计算,也可由式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样中有机过氧化物的含量,%;
- c —— 从工作曲线上查出的样品溶液中有机过氧化物浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 样液最终定容体积,单位为升(L);
- m —— 最终样液代表的试样量,单位为毫克(mg)。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示,计算结果保留至小数点后一位。

9 精密度

9.1 重复性

同一实验室内由同一人员使用同一设备,按相同的测试方法,并在日内对同一被测对象两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%(95%置信水平)。

9.2 再现性

在不同实验室,由不同人员使用相同设备,按相同的测试方法,对同一被测对象两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%(95%置信水平)。

附 录 A
(资料性附录)
2,2'-二羟基-联苯-5,5'-二乙酸典型液相色谱图

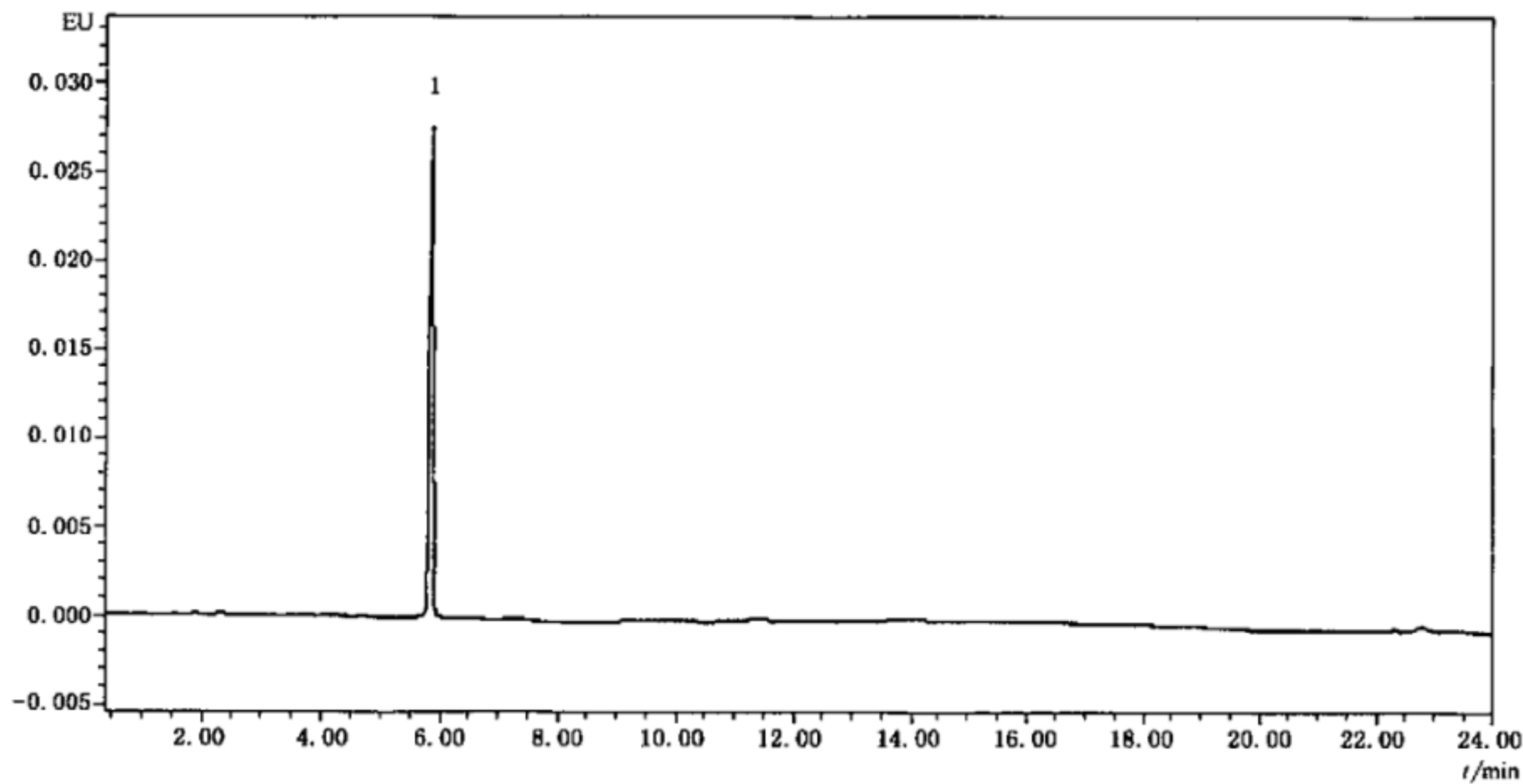


图 A.1 2,2'-二羟基-联苯-5,5'-二乙酸典型液相色谱图



SN/T 3127-2012

书号:155066·2-24092
定价: 14.00 元