



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4775—2017

橡胶及其制品中秋兰姆含量的测定 高效液相色谱法

Determination of thiurams content in rubber
and rubber product—HPLC method

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

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：中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：毛树禄、黄秋兰、荣杰峰、李军法、陈学灿、尤志勇、陈大志、陈斌。

橡胶及其制品中秋兰姆含量的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了橡胶及其制品中秋兰姆的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于橡胶及其制品中秋兰姆含量的测定。

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 原理

以丙酮为溶剂,超声萃取橡胶及其制品中的秋兰姆,提取液用高效液相色谱测定,保留时间和紫外光谱图确证,外标法定量。

4 试剂和材料

试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水要求。

4.1 丙酮,色谱纯。

4.2 甲醇,色谱纯。

4.3 乙腈,色谱纯。

4.4 秋兰姆(CAS号 137-26-8),标准物质,纯度 98.2%以上。

4.5 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 秋兰姆标准储备溶液:准确称取 0.101 8 g 的标准物质(4.4),用甲醇溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,以甲醇定容至刻度,摇匀待用。

4.6 秋兰姆标准工作溶液:分别移取一定体积的秋兰姆标准储备溶液(4.5),置于棕色容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,配成 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪,配有二极管阵列检测器。

5.2 玻璃提取器,60 mL,带旋盖,配聚四氟乙烯垫片。

5.3 分析天平,感量为 0.1 mg。

5.4 超声波清洗器,工作频率 40 kHz,超声功率 500 W。

5.5 有机滤膜,孔径 0.45 μm 。

6 试样制备

取有代表性样品,剪成约 2 mm×2 mm×2 mm 以内的碎片,混合均匀。

7 分析步骤

7.1 样品提取

称取剪碎的试样 1.0 g(精确至 0.1 mg)2 份,置于玻璃提取器(5.2)中,加入 15 mL 丙酮(4.1),旋盖,室温下将提取器置于超声波清洗器(5.4)中提取 30 min,倾倒、沥干、收集提取液;样品中再次加入 10 mL 丙酮,按照相同的条件超声 30 min,倾倒、沥干、收集提取液。合并两次的提取液,并定容至 25 mL,滤膜(5.5)过滤,滤液待用。同时按上述条件进行平行试验。

7.2 高效液相色谱仪分析条件

由于测试结果与使用的仪器和条件有关,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱: C₁₈ 色谱柱, 4.6 mm×250 mm×5 μm, 或相当者;
- b) 柱温: 35 ℃;
- c) 波长范围: 200 nm~400 nm;
- d) 定量波长: 215 nm;
- e) 流动相 A(乙腈): 流动相 B(水) 为 50:50;
- f) 流速: 1.0 mL/min;
- g) 进样量: 15 μL。

7.3 高效液相色谱仪测定

分别取 15 μL 试样和标准工作液,按 7.2 分析条件进行高效液相色谱测试,通过比较试样和标准溶液在规定的检测波长处色谱峰的保留时间(参见附录 A)以及紫外可见光谱图(参见附录 B)进行定性,以外标法定量。同时进行空白试验。

8 结果计算

8.1 线性校准方程的建立:根据秋兰姆标准工作溶液及相应色谱峰面积,通过最小二乘法拟合得到线性校准方程式(1),其线性相关系数应大于 0.995。

$$c = K \times A + b \qquad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c —— 标准工作液中秋兰姆的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- K —— 秋兰姆校准曲线斜率;
- A —— 标准工作液中秋兰姆的色谱峰面积;
- b —— 秋兰姆标准曲线截距。

8.2 试样中秋兰姆含量按式(2)进行计算。

$$X = \frac{c \times F \times V}{m} \qquad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- X —— 试样中秋兰姆含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- c —— 提取液中秋兰姆的浓度,按式(1)计算所得,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；
- F —— 稀释系数；
- V —— 提取液的定容体积,单位为毫升(mL)；
- m —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示,保留到小数点后一位。

9 方法的测定低限

本标准中秋兰姆的测定低限为 2.0 mg/kg。



附 录 A
(资料性附录)
秋兰姆的 HPLC-DAD 色谱图(215 nm)

秋兰姆的 HPLC-DAD 色谱图(215 nm)见图 A.1。

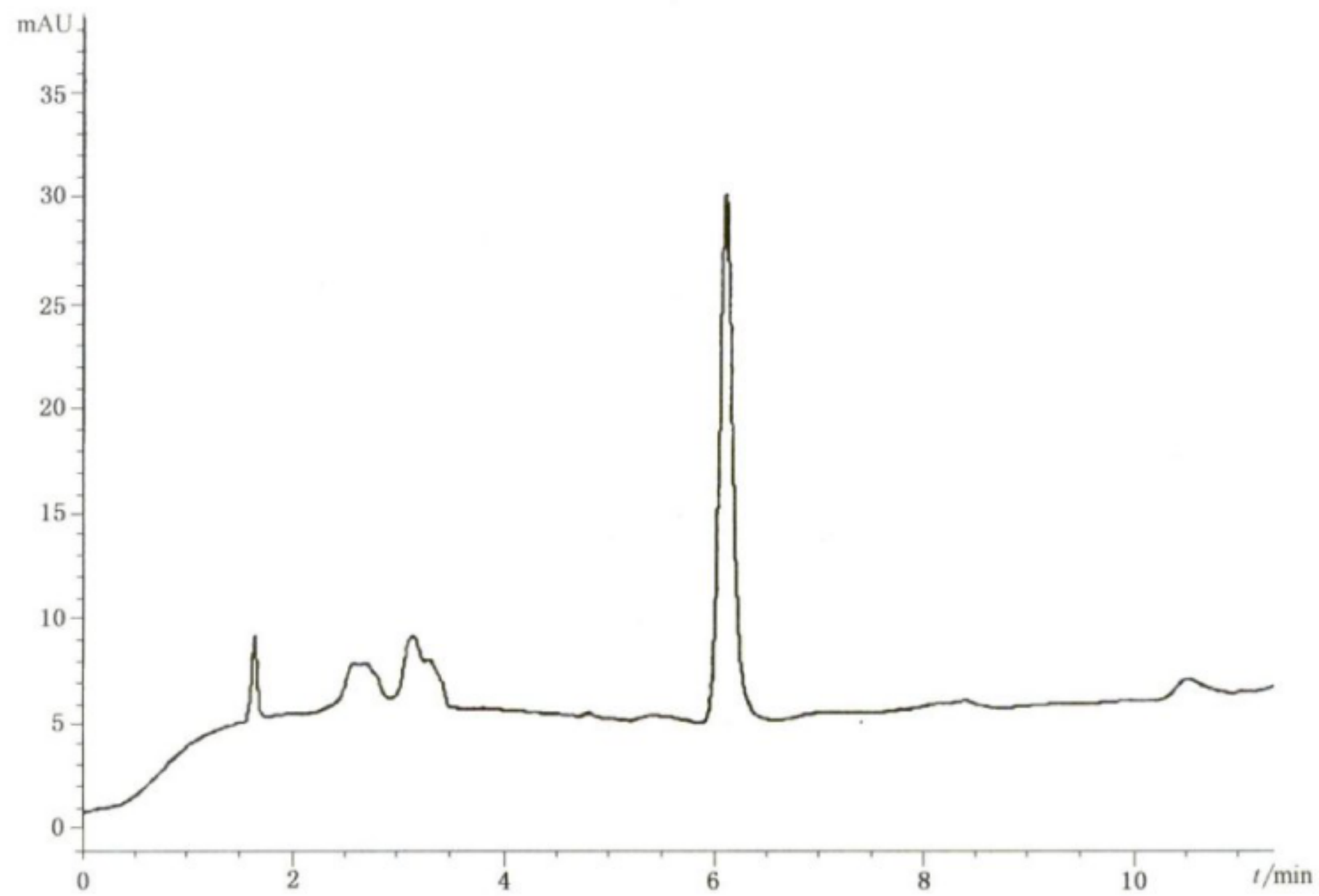


图 A.1 秋兰姆的 HPLC-DAD 色谱图(215 nm)

附 录 B
(资料性附录)
秋兰姆的 HPLC-DAD 光谱图

秋兰姆的 HPLC-DAD 光谱图见图 B.1。

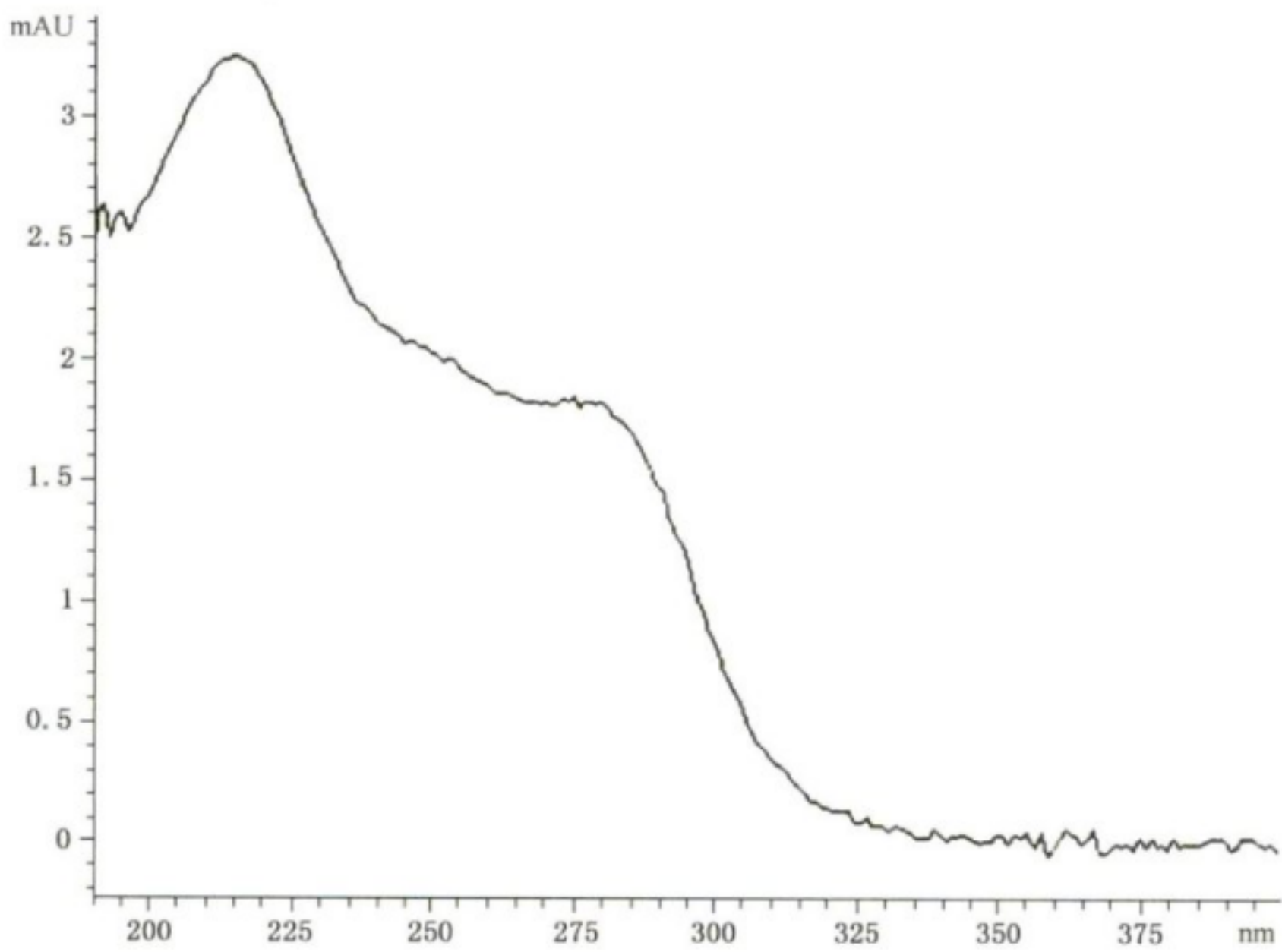


图 B.1 秋兰姆的 HPLC-DAD 光谱图