



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4842—2017

## 塑料及橡胶材料中偶氮二甲酰胺的测定 高效液相色谱法

Determination of azodicarbonamide in plastics and rubber—  
High performance liquid chromatography

2017-07-21 发布

2018-03-01 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：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王晓娟、林振兴、罗川、叶佳楣、王豪。

## 塑料及橡胶材料中偶氮二甲酰胺的测定 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了塑料及橡胶材料中偶氮二甲酰胺含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于塑料及橡胶材料中偶氮二甲酰胺含量的测定,测定范围为 5.0 mg/kg~2 400.0 mg/kg。

### 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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法提要

试样经冷冻粉碎后,用二甲基亚砷-丙酮溶液(25+975,体积比)超声提取,取一定量的提取液用旋转蒸发仪蒸至近干,用乙腈定容,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后供高效液相色谱进样分析,采用外标法定量。

### 4 试剂与材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 偶氮二甲酰胺( $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_2$ ,CAS 编号:123-77-3)标准品:纯度大于 99.0%(质量分数)。

4.2 丙酮:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 二甲基亚砷。

4.5 乙酸铵:色谱纯。

4.6 二甲基亚砷-丙酮溶液(25+975,体积比):准确移取 25 mL 二甲基亚砷(4.4),加入 975 mL 丙酮(4.2),混合均匀。

4.7 乙酸铵溶液(20 mmol/L):称取 1.54 g 乙酸铵(4.5,精确至 0.01 g),用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀,现用现配。使用前需经微孔滤膜真空过滤并进行脱气。

4.8 偶氮二甲酰胺标准储备液(1.0 mg/mL):准确称取适量的偶氮二甲酰胺标准品(4.1),用二甲基亚砷(4.4)配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液。

4.9 偶氮二甲酰胺标准工作溶液的配制:移取适量体积的偶氮二甲酰胺标准储备液(4.8),用乙腈(4.3)稀释,配制成所需浓度的系列标准工作溶液,现用现配。

4.10 微孔滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ ,有机相。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。
- 5.2 超声波发生器。
- 5.3 分析天平:感量分别为 0.000 1 g 和 0.01 g。
- 5.4 冷冻粉碎机。
- 5.5 旋转蒸发仪。
- 5.6 离心机:转速不低于 4 000 r/min。
- 5.7 筛网:孔径 1 000  $\mu\text{m}$ 。

6 样品的制备

取代表性样品,将试样剪切至小于 1 cm $\times$ 1 cm 的小块,再用冷冻粉碎机(5.4)破碎,过孔径 1 000  $\mu\text{m}$ 的筛网(5.7),收集通过筛网的粉末样,备用。

7 分析步骤

7.1 样品测试液的制备

准确称取制备好的样品(第 6 章)1.0 g(精确至 0.1 mg)于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 50 mL 二甲基亚砷-丙酮溶液(4.6),室温下超声提取 30 min,高速离心,取 10 mL 上清液用旋转蒸发仪在 30  $^{\circ}\text{C}$  蒸至近干,用乙腈(4.3)定容至 10 mL,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜(4.10)过滤后立即用高效液相色谱仪进行测定。

7.2 高效液相色谱参考条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出液相色谱的通用参数。设定的参数应保证色谱分析时被测组分与其他组分能得到有效地分离,下列给出的参数证明对测试是可行的:

- a) 色谱柱:CN 柱,250 mm $\times$ 4.6 mm(内径) $\times$ 5  $\mu\text{m}$ ,或相当者;
- b) 流动相:20 mmol/L 乙酸铵(4.7)-乙腈(95+5,体积比);
- c) 进样量:10  $\mu\text{L}$ ;
- d) 检测波长:245 nm;
- e) 柱温:30  $^{\circ}\text{C}$ ;
- f) 流速:1.0 mL/min。

7.3 定性、定量测定

以标准工作溶液和样液等体积穿插进样,通过比较试样与标准品的保留时间进行定性。以偶氮二甲酰胺浓度为横坐标,相应的色谱峰面积为纵坐标,进行线性回归,绘制校准曲线,外标法定量。若样品中偶氮二甲酰胺的测定结果超出测定上限,则应减少称样量或增加提取溶剂体积重新进行测定。在上述液相色谱条件下,标准溶液的液相色谱图参见附录 A。

7.4 空白试验

除不加试样外,均按上述分析步骤进行。

8 结果计算

样品中偶氮二甲酰胺的含量  $\omega$  按式(1)进行计算。

$$\omega = \frac{(c_i - c_0) \times V_3 \times V_1}{m \times V_2}$$

.....( 1 )

式中：

- $\omega$  ——样品中偶氮二甲酰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- $c_i$  ——测试液中偶氮二甲酰胺的浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- $c_0$  ——空白试液中偶氮二甲酰胺的浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- $V_1$  ——样品超声提取所用的二甲基亚砷-丙酮混合溶液体积,单位为毫升(mL)；
- $V_2$  ——用于旋转蒸发的提取液的体积,单位为毫升(mL)；
- $V_3$  ——样品测试液定容体积,单位为毫升(mL)；
- $m$  ——样品质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定值的算术平均值表示,精确到小数点后一位。

9 测定低限

本方法中偶氮二甲酰胺含量的测定低限为 5.0 mg/kg。

10 精密度

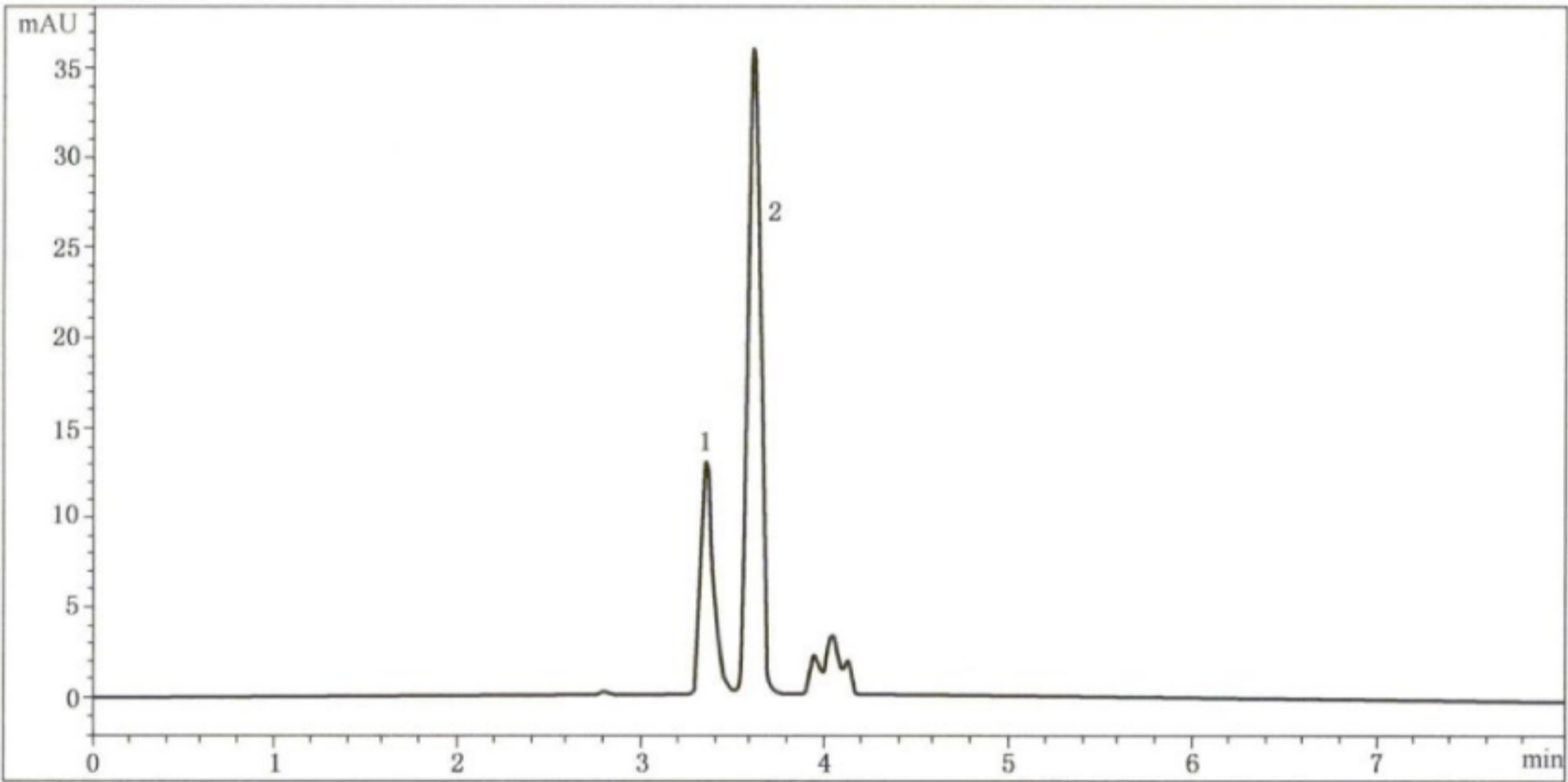
由 9 个实验室按本标准方法对 4 个水平的试样进行方法精密度试验,根据 GB/T 6379.2 计算方法精密度,结果见表 1。

表 1 方法精密度

水平/(mg/kg)	重复性 $r$	再现性 $R$
457.9~2 127.6	$r = -43.41 + 0.15m$	$R = -33.30 + 0.17m$

附 录 A  
(资料性附录)  
偶氮二甲酰胺标准物质色谱图

图 A.1 给出了偶氮二甲酰胺标准物质色谱图。



- 1——二甲基亚砷；
- 2——偶氮二甲酰胺。

图 A.1 偶氮二甲酰胺(25 mg/L)标准物质色谱图