



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3817—2014

压敏胶中防老剂 D 的测定 高效液相色谱法

Determination of N-phenyl-2-naphthylamine in pressure sensitive adhesive—
High performance liquid chromatography

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：叶曦雯、徐琴、李宗芮、罗忻、张帅。

压敏胶中防老剂 D 的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了压敏胶中防老剂 D 的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于压敏胶中防老剂 D 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(ISO 3696)

3 方法提要

试样用乙酸乙酯超声溶解,甲醇沉淀聚合物,上清液过滤后,用高效液相色谱仪测定,外标法定量,液相色谱-质谱法进行阳性确证。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。水使用符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙酸乙酯:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 防老剂 D(N-苯基-2-萘胺,CAS 号:135-88-6):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.5 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取防老剂 D 标准品 0.05 g(精确到 0.1 mg)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)溶解并定容至刻度,放置 4 ℃ 冰箱中备用。

4.6 标准工作溶液:根据需要将标准储备溶液(4.5)用甲醇逐级稀释成适用浓度的标准工作溶液。参考线性范围 1 mg/L~100 mg/L。

4.7 有机相滤膜:0.22 μm 。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪:带二极管阵列检测器。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 离心机:转数可达 3 000 r/min。

5.4 超声波清洗器:工作频率 40 kHz。

5.5 旋涡混合器。

5.6 玻璃样品瓶:40 mL。

5.7 具塞比色管:25 mL。

6 分析步骤

6.1 制样

压敏胶样品直接称样测定。涂胶层较厚的压敏胶制品可直接用小刀或其他金属利器将胶层刮下;涂胶量较少的压敏胶制品可先滴加少许乙酸乙酯(4.2)软化胶体,再用小刀或其他金属利器将胶层刮下。

6.2 提取

称取试样 0.25 g(精确至 0.1 mg)于 40 mL 玻璃样品瓶(5.6)中,加入 5 mL 乙酸乙酯(4.2)超声至样品完全溶解,加入 15 mL 甲醇(4.1)沉淀,旋涡混匀后,以 3 000 r/min 离心 5 min,上清液转移至 25 mL 具塞比色管(5.7)中,用 4 mL 甲醇冲洗样品瓶,离心,上清液合并至比色管中,用甲醇定容至刻度,混匀。取部分溶液以 0.22 μm 滤膜(4.7)过滤,滤液供液相色谱测定。

6.3 空白试验

随同样品做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 液相色谱条件

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:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,150 mm \times 4.6 mm,5 μm 或相当者;
- b) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 流动相:水+乙腈(4.3)=10+90(体积比),等度洗脱;
- d) 流速:0.5 mL/min;
- e) 进样量:10 μL ;
- f) 检测波长:310 nm。

6.4.2 液相色谱分析

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液。对标准工作溶液(4.6)、空白溶液(6.3)和样液(6.2)进样测定,以色谱峰面积为 y 轴对浓度为 x 轴绘制标准曲线,标准工作溶液和待测样液中防老剂 D 化合物的响应值均应在仪器检测的线性范围内,根据色谱峰面积用外标法定量。在上述液相色谱条件下,防老剂 D 标准溶液的色谱图参见附录 A 中图 A.1,紫外光谱图参见附录 A 中的图 A.2。

如果样液与标准溶液的保留时间和紫外光谱图一致,则根据液相色谱-质谱法进行阳性确证。

6.4.3 液相色谱-质谱条件

6.4.3.1 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。

6.4.3.2 液相色谱条件:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,150 mm \times 4.6 mm,5 μm 或相当者;

- b) 柱温:30 ℃;
 - c) 流动相:水+乙腈=10+90,等度洗脱;
 - d) 流速:0.5 mL/min;
 - e) 进样量:10 μL。
- 6.4.3.3 质谱条件:
- a) 离子源:电喷雾离子源(ESI);
 - b) 扫描方式:正离子扫描;
 - c) 检测方式:选择离子检测(SIM);
 - d) 毛细管电压:4.5 kV;
 - e) 雾化器压力:40 psi(0.276 MPa);
 - f) 碎裂电压:见表 1;
 - g) 干燥气流速(量):10 L/min;
 - h) 干燥气温度:250 ℃;
 - i) 特征离子:见表 1。

表 1 防老剂 D 的特征离子碎片及丰度比

化合物	特征离子(<i>m/z</i>)	丰度比	碎裂电压/V
防老剂 D	220.1,143.1	100 : 33	120,250

6.4.3.4 液相色谱-质谱确证:标准溶液和样液参插进样,根据选择离子色谱图中色谱峰的保留时间和特征碎片离子及其丰度比进行阳性结果确证。防老剂 D 标准溶液的选择离子色谱图参见附录 B 中图 B.1。

7 结果计算

按式(1)计算试样中防老剂 D 化合物的含量:

$$X = \frac{(A - A_0) \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- X ——试样中防老剂 D 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - A ——样液中防老剂 D 的峰面积;
 - A₀ ——空白溶液中防老剂 D 的峰面积;
 - c_s ——标准工作液中防老剂 D 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
 - A_s ——标准工作溶液中防老剂 D 的峰面积;
 - m ——试样质量,单位为克(g)。
- 计算结果保留至小数点后 1 位。

8 测定低限

本方法对压敏胶中防老剂 D 的测定低限为 1.0 mg/kg。

SN/T 3817—2014

9 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%,在再现性条件下,两个实验室测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)

防老剂 D 标准溶液的典型液相色谱图及紫外光谱图

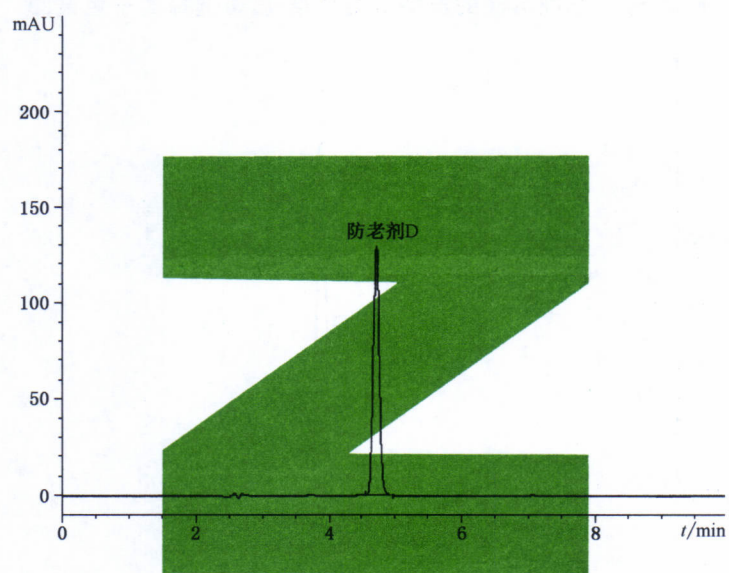


图 A.1 防老剂 D 标准溶液的典型液相色谱图

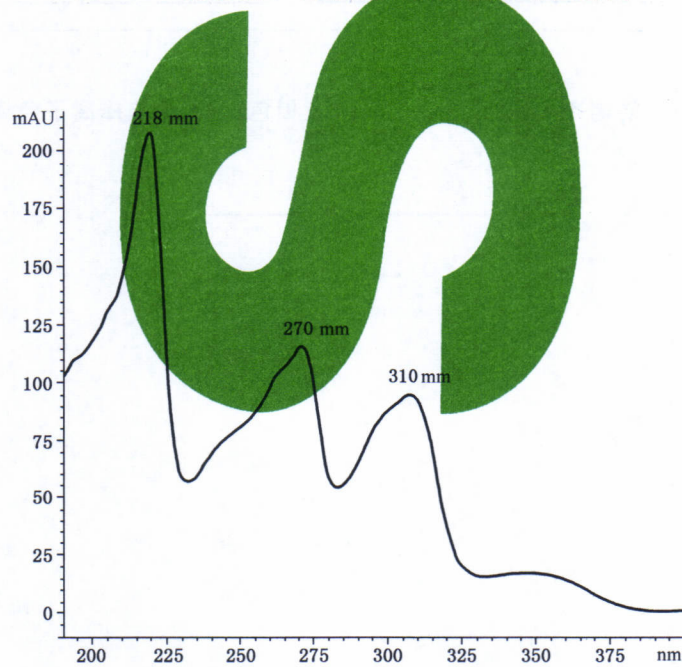


图 A.2 防老剂 D 标准溶液的典型紫外光谱图

SN/T 3817—2014

附 录 B
(资料性附录)
液相色谱-质谱确证法

防老剂 D 标准溶液的典型液相色谱-质谱选择离子色谱图

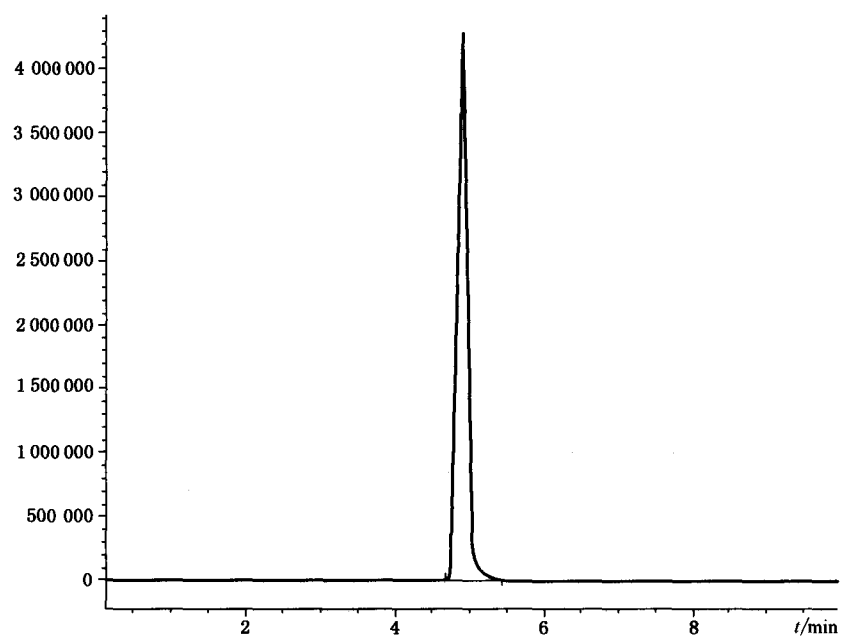


图 B.1 防老剂 D 标准溶液的典型液相色谱-质谱选择离子色谱图