



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4373—2015

邻苯二甲酸酐中马来酸酐的测定 气相色谱法

Determination of maleic anhydride in phthalic anhydride—
Gas chromatography method

2015-12-04 发布

2016-07-01 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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王建玲、肖晓峰、刘艇飞、程欲晓、李丹、何军、邓弘毅。

邻苯二甲酸酐中马来酸酐的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了邻苯二甲酸酐中马来酸酐的气相色谱测定方法。

本标准适用于邻苯二甲酸酐中马来酸酐的测定,测定低限为 0.012 5%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

将邻苯二甲酸酐样品用乙酸酐溶解,过聚四氟乙烯针式过滤器,用气相色谱氢火焰离子化检测器测定,以外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

4.1 乙酸酐。

注:如乙酸酐存在色谱干扰物,干扰物去除方法参见附录 A。

4.2 马来酸酐标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.3 马来酸酐标准储备液(0.1 g/L):称取马来酸酐标准品(4.2)10 mg 于 100 mL 容量瓶中,用乙酸酐(4.1)溶解并定容,0℃~4℃密封保存。

4.4 马来酸酐标准工作溶液:准确移取马来酸酐标准储备液(4.3)0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,用乙酸酐(4.1)定容至刻度,得到马来酸酐浓度分别为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、30.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。

4.5 疏水性聚四氟乙烯针式过滤器。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 涡旋振荡器。

5.4 超声波发生器。

5.5 容量瓶:10 mL,100 mL。

5.6 注射器:2 mL。

6 分析步骤

6.1 试料的处理

6.1.1 试料的溶解

称取邻苯二甲酸酐试料 0.4 g(精确至 0.1 mg)于 10 mL 玻璃容量瓶中,用乙酸酐(4.1)定容。盖好塞子,置于涡旋振荡器上涡旋数秒,再置于超声波发生器中超声 10 min 使试料溶解完全,混匀后,冷却至室温。

6.1.2 试料的净化

用注射器吸取约 2 mL 试料溶液(6.1.1),经疏水性聚四氟乙烯针式过滤器(4.5)过滤至进样瓶内,混匀后供气相色谱测定。

6.2 空白试验

不加试料,随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 气相色谱条件

气相色谱条件参见附录 B。

6.3.2 标准曲线的绘制

参照附录 B 测定条件,对马来酸酐标准工作溶液(4.4)由低浓度到高浓度依次进样测定。以马来酸酐的浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得到线性方程。马来酸酐标准溶液色谱图参见附录 C。

6.3.3 试液的测定

参照附录 B 测定条件,将空白试液(6.2)和待测样试液(6.1.2)依次进样进行测定。典型测试样品的 FID 气相色谱参考图参见附录 D。

7 结果计算

按式(1)计算邻苯二甲酸酐中马来酸酐的含量,以质量分数表示:

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——待测邻苯二甲酸酐中马来酸酐的质量分数, %;

c ——从标准曲线得到的试料溶液中马来酸酐的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——从标准曲线得到的空白溶液中马来酸酐的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示,按 GB/T 8170 进行修约,保留三位有效数字。

8 精密度

由 8 个实验室对 3 个水平的试样进行方法精密度试验,结果见表 1。

表 1 方法精密度 %

水平范围(质量分数)	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
0.028 8	0.002 6	0.004 7
0.054 3	0.004 3	0.008 0
0.074 8	0.003 7	0.010 1

附录 A

(资料性附录)

乙酸酐色谱干扰物去除方法

A.1 方法提要

乙酸酐中添加适量无水硫酸钠,减压重蒸去除乙酸酐中的色谱干扰物。

A.2 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

A.2.1 乙酸酐。

A.2.2 无水硫酸钠。

A.2.3 甲醇。

A.3 仪器

A.3.1 旋转蒸发仪:配有减压装置。

A.3.2 蒸馏瓶(鸡心瓶或蒸馏烧瓶)。

A.4 纯化步骤

A.4.1 旋转蒸发仪的快速清洗

将蒸馏瓶(鸡心瓶或蒸馏烧瓶)装入约半瓶甲醇(A.2.3),连接在旋转蒸发仪上,在 90 ℃,140 r/min 转速,连续抽真空条件下,将蒸馏瓶中的甲醇快速蒸至近干,停止旋蒸,将旋转蒸发仪收集瓶中的甲醇滴洗收集瓶内壁后,将甲醇废液倒入废液桶(如旋转蒸发仪内壁较脏,可再重复上述操作 1 次~3 次,以充分清洗旋转蒸发仪内壁),最后将收集瓶倒扣在滤纸上 2 min~3 min,吸干甲醇后,将收集瓶装上待用。

A.4.2 乙酸酐重蒸

在通风柜中,将蒸馏瓶(鸡心瓶或蒸馏烧瓶)装入约半瓶乙酸酐(A.2.1)和 20 g~30 g 无水硫酸钠(A.2.2),连接在旋转蒸发仪上,在水浴温度为 90 ℃,旋转速度为 140 r/min,压力为 20 000 Pa~8 000 Pa 条件下旋蒸(压力应逐步降低,防止压力下降过快而导致乙酸酐爆沸冲出),蒸馏出 80%左右的乙酸酐(蒸馏速度以 1 mL/min~6 mL/min 为宜),停止旋蒸。将收集瓶中的乙酸酐倒入洁净的玻璃试剂瓶中,盖上内塞和外盖备用。将蒸馏瓶剩余的乙酸酐和无水硫酸钠残余物倒入废液桶中,再重复 A.4 的整个过程,直至蒸出的乙酸酐够用为止。

附 录 B
(资料性附录)
气相色谱条件

气相色谱工作条件:

- a) 色谱柱:DB-1701,30 m \times 0.25 mm(内径) \times 0.25 μ m(膜厚),或相当者;
- b) 柱温:100 $^{\circ}$ C保持3 min;10 $^{\circ}$ C/min至180 $^{\circ}$ C;30 $^{\circ}$ C/min至240 $^{\circ}$ C,保持3 min;
- c) 进样口温度:250 $^{\circ}$ C;
- d) FID检测器温度:260 $^{\circ}$ C;
- e) 载气流速:1.6 mL/min;
- f) 分流模式:不分流;
- g) 进样量:1 μ L。

注:上述工作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定工作条件作适当调整,以获得最佳效果。

附 录 C
(资料性附录)
马来酸酐标准溶液气相色谱图

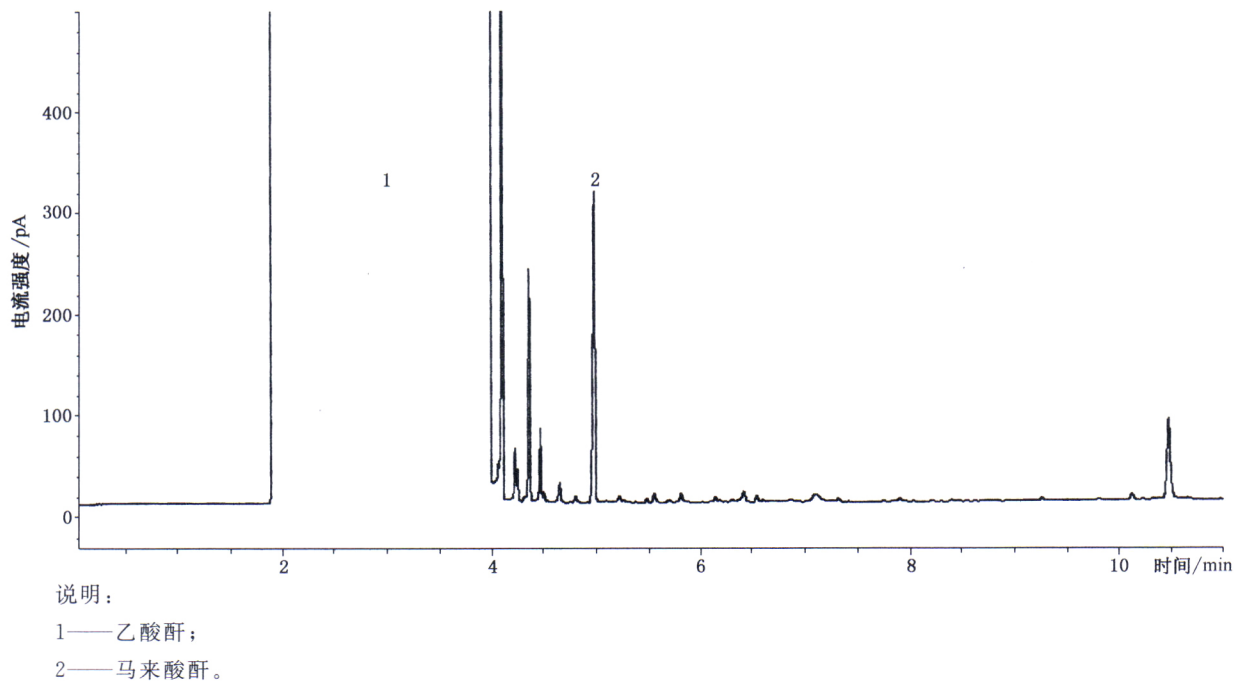
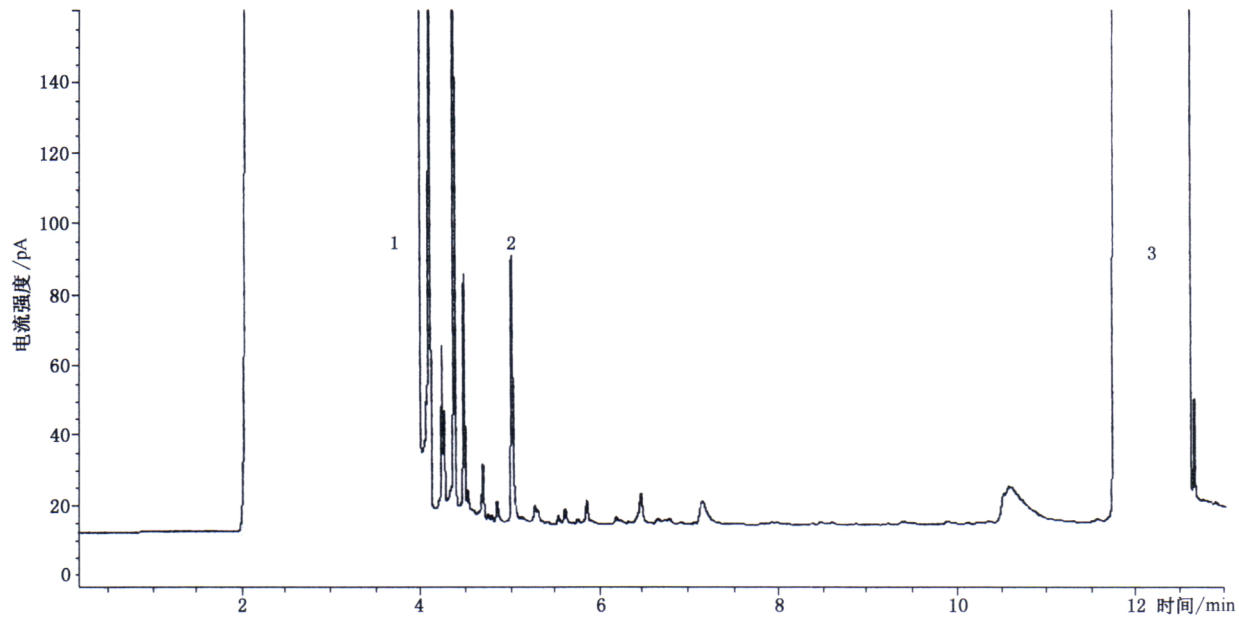


图 C.1 马来酸酐标准溶液(50 mg/L)气相色谱图

附 录 D
(资料性附录)
典型测试样品的 FID 气相色谱参考图



说明：
1——乙酸酐；
2——马来酸酐；
3——邻苯二甲酸酐。

图 D.1 典型测试样品的 FID 气相色谱参考图

