

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4664—2016

进出口纺织品 苯并三唑类防紫外线 整理剂的测定 高效液相色谱法

Textiles for import and export—Determination of benzotriazole antiultraviolet
finishing agents—High performance liquid chromatography method

2016-12-12 发布

2017-07-01 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及归口。

本标准起草单位：深圳市检验检疫科学研究院、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、浙江省检验检疫科学研究院、深圳市康益保健用品有限公司。

本标准主要起草人：谢堂堂、林君峰、刘海山、刘彩明、褚乃清、吴刚、李丽霞、赵珊红。

进出口纺织品 苯并三唑类防紫外线 整理剂的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了纺织品中 6 种苯并三唑类防紫外线整理剂(见附录 A)的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于各种纺织材料及其产品中 6 种苯并三唑类防紫外线整理剂的测定。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试样用甲醇超声提取,提取液经浓缩定容后,用高效液相色谱仪测定,以保留时间定性,必要时结合紫外吸收光谱图进行确认,外标法定量。

4 试剂与材料

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 6 种苯并三唑标准物质:纯度 $\geq 98\%$,见附录 A。

4.3 单组分标准储备溶液:分别准确称取适量的每种苯并三唑标准物质(4.2),用甲醇(4.1)分别配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

注:在 4℃下避光保存,标准储备液的有效期为 12 个月。

4.4 系列标准工作溶液:分别移取一定体积的 6 种苯并三唑的标准储备溶液(4.3),置于棕色容量瓶中,用甲醇(4.1)稀释并定容至刻度,摇匀。混合标准工作溶液的浓度可根据实际需要配制。

注:不同仪器不同工作条件下测定的线性范围有所不同,6 种苯并三唑标准溶液浓度范围在 0.2 mg/L~40 mg/L 时的线性被证明可以满足要求。在 4℃下避光保存,标准工作液的有效期为 3 个月。

4.5 滤膜:有机相针式,孔径 0.22 μm 。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器(UVD)或二极管阵列检测器(DAD)。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

5.3 提取器:管状,具密封塞,约 50 mL,由硬质玻璃制成。

5.4 超声波提取器:工作频率 40 kHz,可控温。

5.5 浓缩瓶:100 mL。

5.6 旋转蒸发器。

6 分析步骤

6.1 样品溶液的制备

取代表性样品,将其剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀。准确称取上述试样 1.0 g,精确至 0.01 g,置于 50 mL 提取器(5.3),加入 20 mL 甲醇(4.1),置于超声波提取器(5.4)中,于 40 ℃下超声萃取 20 min,收集所有提取液,残渣用 20 mL 甲醇(4.1)重复提取一次,合并提取液于 100 mL 浓缩瓶(5.5)中,浓缩瓶置于旋转蒸发仪(5.6)上,于 40 ℃水浴中缓慢浓缩至近干,再用缓氮气流吹干。用 1 mL 甲醇(4.1)定容,取部分样液经有机滤膜(4.5)过滤,供液相色谱测定。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。下面给出的操作参数已被证明是可行的,仅作为测定时的参考:

- a) 色谱柱:ZORBAX SB-C18 柱 250 mm×4.6 mm(内径),或相当者;
- b) 柱温:30 ℃;
- c) 流动相:甲醇;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 检测波长:340 nm;
- f) 进样量:10 μL。

6.2.2 标准工作曲线的制作

取系列标准工作溶液(4.4),按 6.2.1 分析条件进样测定,以标准溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。在上述液相色谱分析条件下,标准物质的液相色谱图参见附录 B。

6.2.3 液相色谱分析

按 6.2.1 的测定条件对待测样进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。根据色谱峰的保留时间定性,如采用二极管阵列检测器,可结合其紫外吸收光谱图进行确认,标准物质的紫外吸收光谱图参见附录 C。根据色谱峰的峰面积进行外标法定量。

6.3 空白试验

除不加试样外,均按步骤 6.1 进行。

7 结果计算

按式(1)计算纺织品中苯并三唑的含量:

$$x = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- x ——试样中苯并三唑的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——从标准工作曲线上读取的样液中苯并三唑的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——从标准工作曲线上读取的空白溶液中苯并三唑的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样液最终的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以各种苯并三唑的检测结果分别表示,计算结果按照 GB/T 8170 的要求修约至小数点后一位。低于测定低限时,试验结果为未检出。

8 测定低限和回收率

6 种苯并三唑的测定低限均为 1.0 mg/kg。

在阴性样品中添加适量标准溶液,按步骤 6.2~6.3 进行分析,苯并三唑的回收率为 80%~100%。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以 95%的置信度为前提。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 样品来源及描述;
- b) 使用的标准;
- c) 测试结果;
- d) 任何偏离本标准的细节;
- e) 试验日期。

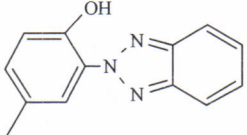
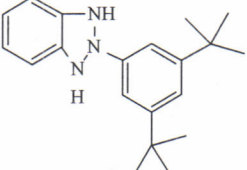
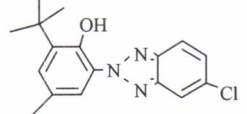
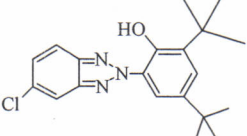
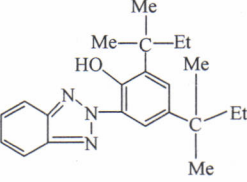
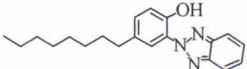
SN/T 4664—2016

附 录 A
(规范性附录)

6 种苯并三唑的名称及结构式

6 种苯并三唑的名称及结构式见表 A.1。

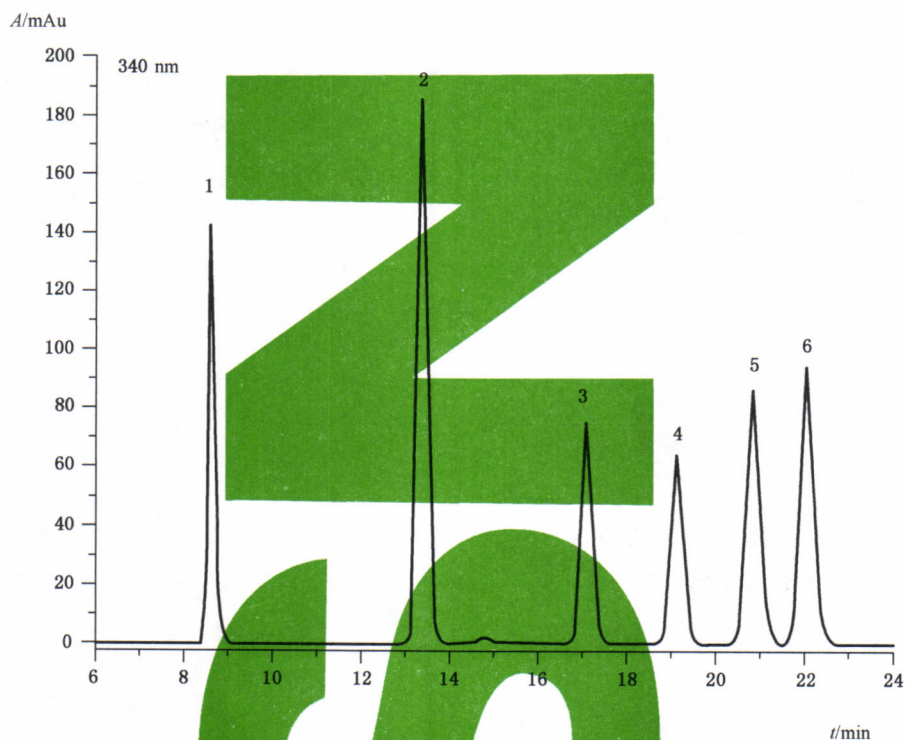
表 A.1 6 种苯并三唑的名称及结构式

序号	中文名称	英文名称	简称	CAS 号	结构式
1	2-(2'-羟基-5'-甲基苯基)苯并三唑	2-(2'-hydroxy-5'-methyl-phenyl) benzotriazole	UV-P	2240-22-4	
2	2-(2'-羟基-3',5'-二叔丁基苯基)苯并三唑	2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-butylphenol	UV-320	3846-71-7	
3	2-(2'-羟基-3'-特丁基-5'-甲基苯基)-5-氯苯并三唑	2-tert-butyl-6-(5-chloro-2H-benzotriazol-2-yl)-4-methylphenol	UV-326	3896-11-5	
4	2-(2'-羟基-3',5'-二特丁基苯基)-5-氯苯并三唑	2,4-di-tert-butyl-6-(5-chloro-benzotriazol-2-yl)phenol	UV-327	3864-99-1	
5	2-(2'-羟基-3',5'-二特戊基苯基)苯并三唑	2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol	UV-328	25973-55-1	
6	2-(2'-羟基-5'-特辛基苯基)苯并三唑	2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl) phenol	UV-329	3147-75-9	

附录 B
(资料性附录)

苯并三唑标准物质的 HPLC 色谱图

苯并三唑标准物质的 HPLC 色谱图见图 B.1。



说明：

- 1——2-(2'-羟基-5'-甲基苯基)苯并三唑(UV-P)；
- 2——2-(2'-羟基-3',5'-二特戊基苯基)苯并三唑(UV-328)；
- 3——2-(2'-羟基-3'-特丁基-5'-甲基苯基)-5-氯苯并三唑(UV-326)；
- 4——2-(2'-羟基-3',5'-二叔丁基苯基)苯并三唑(UV-320)；
- 5——2-(2'-羟基-3',5'-二特丁基苯基)-5-氯苯并三唑(UV-327)；
- 6——2-(2'-羟基-5'-特辛基苯基)苯并三唑(UV-329)。

图 B.1 苯并三唑标准物质的 HPLC 色谱图

附录 C
(资料性附录)

6 种苯并三唑标准物质的紫外吸收光谱图

6 种苯并三唑标准物质的紫外吸收光谱图见图 C.1~图 C.6。

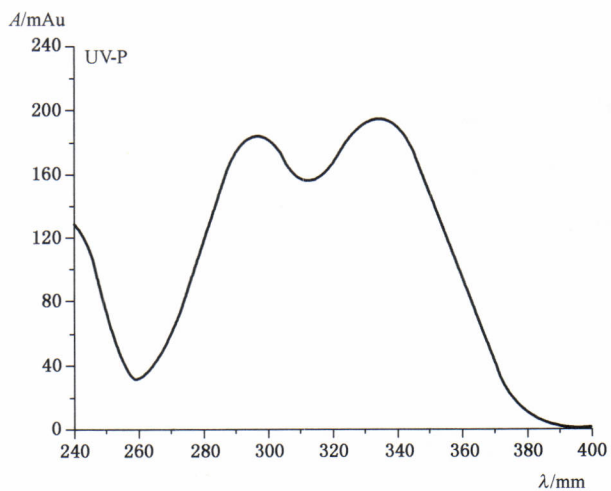


图 C.1 2-(2'-羟基-5'-甲基苯基)
苯并三唑的紫外光谱图

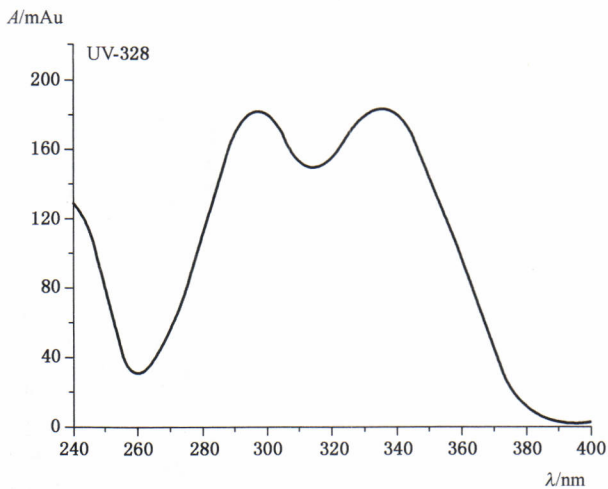


图 C.2 2-(2'-羟基-3',5'-二特戊基苯基)
苯并三唑的紫外光谱图

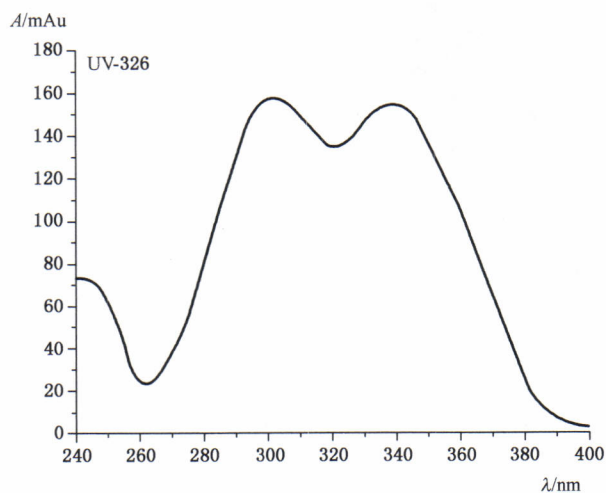


图 C.3 2-(2'-羟基-3'-特丁基-5'-甲基苯基)
-5-氯苯并三唑的紫外光谱图

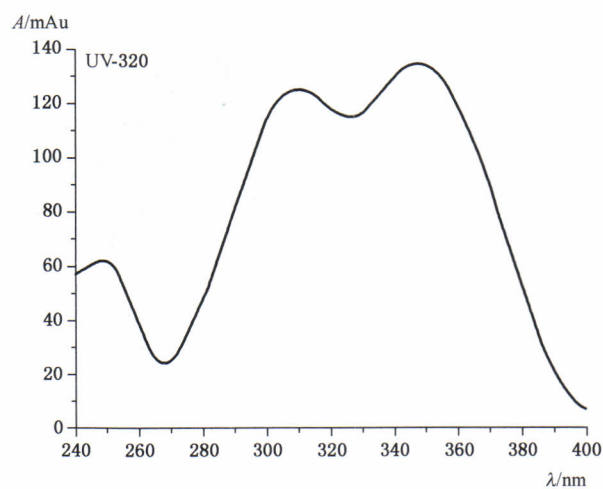


图 C.4 2-(2'-羟基-3',5'-二叔丁基苯基)
苯并三唑的紫外光谱图

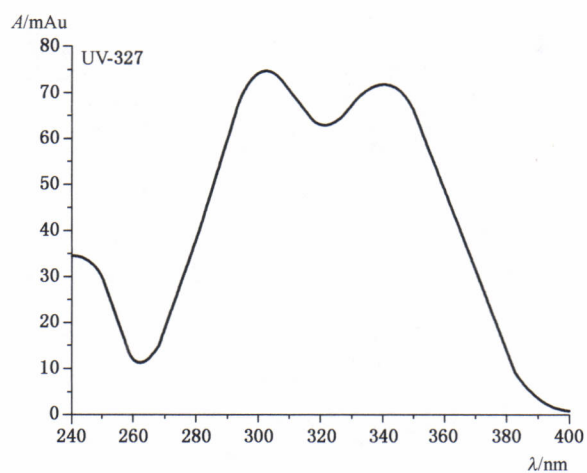


图 C.5 2-(2'-羟基-3',5'-二特丁基苯基)-5-氯苯并三唑的紫外光谱图

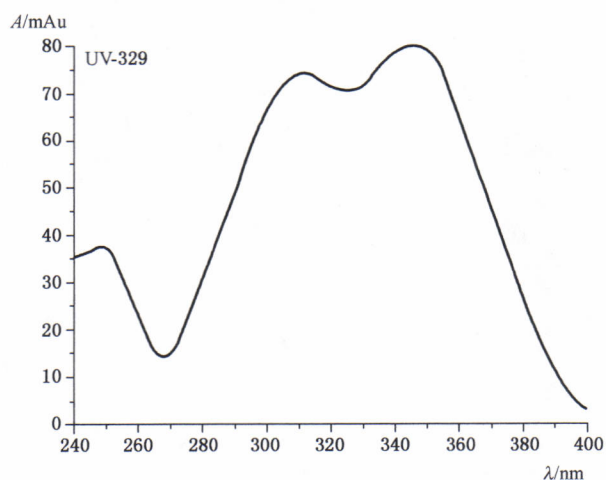


图 C.6 2-(2'-羟基-5'-特辛基苯基)苯并三唑的紫外光谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纺织品 苯并三唑类防紫外线
整理剂的测定 高效液相色谱法
SN/T 4664—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

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 0.75 字数 16 千字
2018年2月第一版 2018年2月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32558 定价 16.00 元



SN/T 4664—2016