



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3618.1—2013

塑胶材料中苯乙酮的测定 第 1 部分：高效液相色谱法

Determination of acetophenone in plastic and rubber materials—
Part 1: HPLC method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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

SN/T 3618《塑胶材料中苯乙酮的测定》共分为 2 部分：

——第 1 部分：高效液相色谱法；

——第 2 部分：气相色谱-质谱联用法。

本部分为 SN/T 3618 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心、中国检验检疫科学研究院。

本部分主要起草人：梁金玲、梁莹、曾嘉欣、郭仁宏、张志辉、张庆、白桦、刘卓钦、冼丽英、兰丽丽。

塑胶材料中苯乙酮的测定

第1部分:高效液相色谱法

1 范围

SN/T 3618 的本部分规定了塑胶材料中苯乙酮的检测方法——高效液相色谱法。
本部分适用于塑胶材料中苯乙酮的测定。

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

采用丙酮对试样中的苯乙酮进行微波萃取,带二极管阵列检测器的高效液相色谱仪(HPLC-DAD)进行测定和确证,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。试验用水符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.1 丙酮。

4.2 苯乙酮标准品: CAS 号为 98-86-2; 纯度 $\geq 98\%$ 。

4.3 乙腈: 色谱纯。

4.4 甲醇: 色谱纯。

4.5 标准溶液的配制: 准确称取苯乙酮标准品(4.2)0.02 g(精确至 0.1 mg)到 25 mL 具塞容量瓶(5.3)中,用丙酮(4.1)溶解并定容至刻度,摇匀,逐级稀释,配制成浓度分别为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100.0 mg/L 的标准工作溶液,于冰箱中冷冻备用。

5 仪器和设备

5.1 微波萃取器: 配聚四氟乙烯萃取罐。

5.2 棕色容量瓶: 25 mL。

5.3 胶头玻璃滴管: 2 mL。

5.4 离心机: 8 000 r/min。

5.5 高效液相色谱仪: 带 DAD 检测器。

5.6 电子天平: 感量为 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样的制备和处理

取有代表性的样品,并将样品剪成约 5 mm×5 mm 的小试片约 10 g,并从中称取约 1 g(精确至 0.1 mg)的试样,将试样置于微波萃取罐(5.1)中,加入 10 mL 丙酮(4.1),将微波萃取罐(5.1)密闭,置于微波萃取器(5.1)中,升温程序为:10 min 内从室温上升至 100 ℃,保持 100 ℃ 30 min,冷却至室温。萃取液用容量瓶(5.2)收集,并用丙酮(4.1)洗涤,合并洗涤液并定容。若有沉淀,取适量滤液用离心机(5.4)离心 10 min,取上层清液,用于 HPLC 分析。

6.2 测定方法

6.2.1 色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出高效液相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证被测组分与其他组分在色谱中的有效分离,下列给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:Zorbax Eclipse XDB-C₁₈[150 mm×4.6 mm(内径)×5-Micron],或相当者;
- b) 流速:1.0 mL/min;
- c) 进样量:5 μL;
- d) 流动相:60%的水和 40%的乙腈等度洗脱;
- e) 柱温箱温度:25 ℃;
- f) 检测波长:244 nm;
- g) 狭缝宽度:1 nm。

6.2.2 高效液相色谱分析及阳性结果确证

根据试液中苯乙酮的含量情况,选取浓度相近的标准工作溶液,标准工作溶液和试液中苯乙酮的响应值均应在仪器的线性范围内。在上述高效液相色谱条件下,苯乙酮的保留时间约为 5.2 min。

如果试液与标准工作溶液的色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据苯乙酮的特征紫外吸收光谱图对其进行确证。

注:苯乙酮的高效液相色谱图参见附录 A 中的图 A.1,紫外光谱图参见附录 A 中的图 A.2。

7 空白试验

除不加试样外,按上述 6.1~6.2 测定步骤进行。

8 结果计算

按式(1)计算苯乙酮的含量:

$$X = \frac{c \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中苯乙酮含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 利用标准工作曲线读出的试液中苯乙酮的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 试液的定容体积,单位为毫升(mL);

D —— 稀释倍数；

m —— 试样质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的平均值,结果保留至小数点后 1 位。

9 检出低限

检出低限为 5 mg/kg。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差不超过算术平均值的 10%。

SN/T 3618.1—2013

附录 A

(资料性附录)

苯乙酮的高效液相色谱图及紫外光谱图

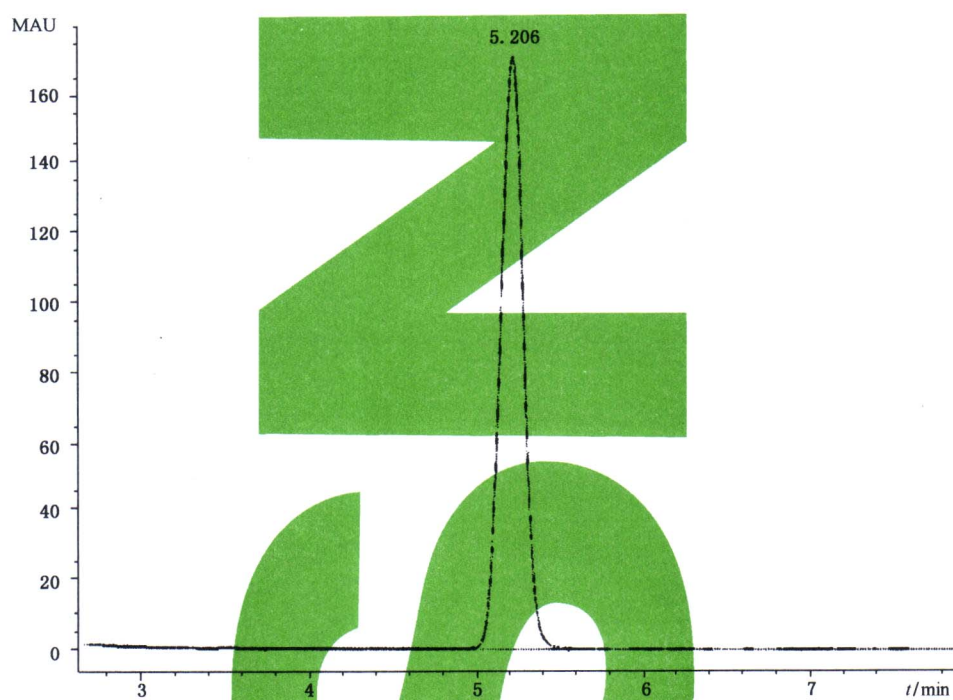


图 A.1 苯乙酮的高效液相色谱图

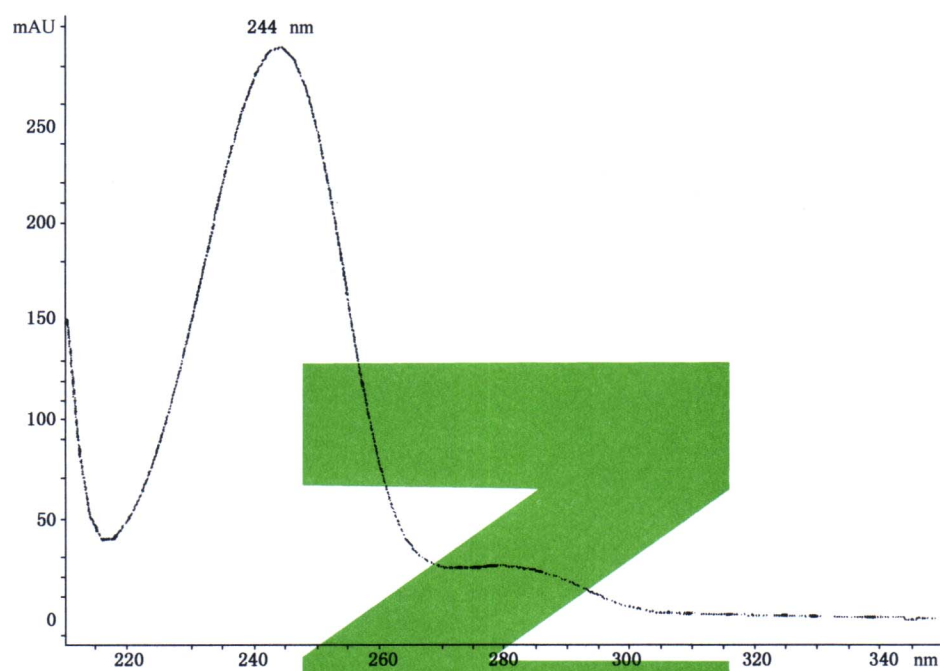


图 A.2 苯乙酮的紫外光谱图