

ICS

CCS 点击此处添加 CCS 号

宁夏回族自治区团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

工业双氰胺含量的检测 液相色谱法

Determination of Dicyandiamide
Content in Industrial Products by Liquid Chromatography

(送审稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏计量质量检验检测研究院提出。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏计量质量检验检测研究院（国家煤化工产业计量测试中心）、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：姚彩红、

工业双氰胺含量的检测

液相色谱法

警告:本文件的使用可能涉及到某些有危险的材料、操作及设备,但并未对所有的安全问题都提出建议。因此使用者在使用本标准前,应建立适当的安全防护措施,并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本标准规定了工业用双氰胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、储存等。
本文件规定了采用液相色谱法测定工业双氰胺含量试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 603 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6679 固体化工产品采样通则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 26792 高效液相色谱仪
HG/T 3265-1999 工业双氰胺

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

双氰胺(分子式 $C_2H_4N_4$)为极性化合物,通常采用反相高效液相色谱(RP-HPLC)或亲水相互作用色谱(HILIC)进行分离。双氰胺因极性差异与固定相发生不同作用力,实现与其他杂质的分离。在选定的工作条件下,使用C18色谱柱和紫外检测器或二极管阵列检测器,对试样中的双氰胺进行高效液相色谱分离和检测,外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的一级水。

- 5.1 甲醇:色谱纯。
- 5.2 一级水
- 5.3 双氰胺标准品:大于等于98.0%

6 仪器和设备

- 6.1 分析天平:精确至0.0001g。

6.2 高效液相色谱仪。配有紫外检测器或二极管阵列检测器，其灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的规定。

6.3 色谱工作站。

6.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

6.5 超声波清洗器。

6.6 仪器配备的自动进样器或 10 定量环。

7 实验步骤

7.1 标样溶液的配制

7.2 标准储备液（1000mg/L）：精确称取 0.1000g（精确至 0.1mg），置于 50.0mL 干燥洁净的容量瓶中，加流动相超声震荡至溶解，冷却至室温后加流动相稀释至刻度，摇匀备用经 0.45 μm 滤膜过滤后进样，摇匀备用。

7.3 试样溶液的配制

7.4 称取 0.1000g 的试样（精确至 0.1mg），置于 100mL 干燥洁净的容量瓶中，加流动相超声震荡至溶解，冷却至室温后加流动相稀释至刻度，摇匀备用经 0.45 μm 滤膜过滤后进样，摇匀备用。不加样品采用相同条件做空白试验。在与分析工作曲线溶液相同的测试条件下，对试样进行分析测定

8 仪器条件

根据仪器说明书，调节仪器至表1所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。依次测定标样溶液和试样溶液，用色谱工作站处理结果。

表1 参考仪器工作条件

参数	操作条件
色谱柱	采用 C18（硅胶）不锈钢柱
柱长/内径/粒径	250mm \times 4.6mm \times 5 μm
流动相	水：甲醇 95：5（V/V）
柱流速/（mL/min）	1.0mL/min
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	40
检测波长/nm	230
进样量/ μL	10
注：仪器工作条件允许根据实际情况适当变动，上述条件仅供参考。	

9 工作标准溶液的配制

取6只100mL容量瓶,分别按表2加入相对应双氰胺标准储备溶液（8.1）体积，用流动相定容至刻度，得到相应的元素标准工作曲线。按表2配制标准溶液系列。

表2 双氰胺标准品溶液质量浓度

双氰胺标品	标准品储备液浓度 (mg/L)	移取标准使用液的体积 (mL)	双氰胺浓度 (mg/L)
(C ₂ H ₄ N)	1000	0.00	0.00
		0.5	10
		1.0	20
		2.0	40
		5.0	100
		10.0	200

按照表1仪器工作条件，以双氰胺质量浓度（mg/L）为横坐标x，对应双氰胺标准溶液峰高或峰面积为纵坐标绘制标准曲线线性回归方程：以双氰胺质量浓度（mg/L）为横坐标（X），峰面积为纵坐标（Y），用最小二乘法拟合曲线，得到方程：Y = aX+b，得到曲线相关系数为0.999，满足测定要求。

10 试样溶液的测定

根据仪器说明书，调节仪器至表 1 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。依次测定标样溶液和式样溶液，用色谱站处理结果。

11 试验数据处理

双氰胺的含量x按式（1）计算：

$$x(\%) = \frac{(C - C_0) \times D \times V \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1.)$$

式中：

x—双氰胺的含量，以毫克每千克（%）表示；

c₁—工作曲线上查得被测元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c₀—工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

D—测定时试样溶液稀释倍数的数值；

V—测定试样定容体积，单位为毫升（mL）；

m—称取试样的重量，单位为克（g）。

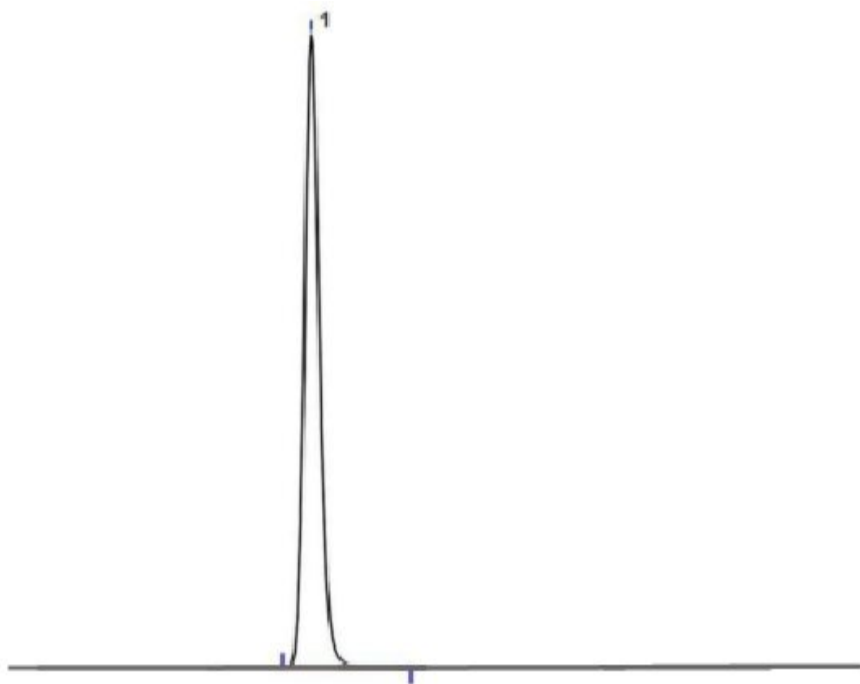
计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

12 允许差

取平行测定结果算数平均值作为测定结果，两侧平行测定结果绝对差值不得大于0.30%

附录 A
(资料性附录)
双氰胺含量的测定的典型色谱图

双氰胺含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明:

1- 双氰胺

图 A. 1 双氰胺含量的测定的典型色谱图