

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103267808 A

(43) 申请公布日 2013. 08. 28

(21) 申请号 201310138587. 8

(22) 申请日 2013. 04. 22

(71) 申请人 上海谱尼测试技术有限公司

地址 200233 上海市徐汇区桂平路 680 号 35
号楼 4 层

(72) 发明人 宋薇

(51) Int. Cl.

G01N 30/02 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种电子电气产品中地乐酚含量的测定方法

(57) 摘要

本发明公开了一种电子电气产品中地乐酚含量的测定方法。制备好的试样中加入一定量的提取溶剂，超声提取或索氏提取其中的目标化合物，提取液经过滤获得试样溶液，采用高效液相色谱 (HPLC) 系统分离检测，外标法定量。所采用的色谱柱为以碳十八烷基键合硅胶为填充剂的色谱柱，检测器为二极管阵列检测器，流动相为乙腈 -1% 乙酸水溶液的混合溶剂，检测波长 275nm。本发明经过系统的比较研究，建立了电子电气产品中的地乐酚含量的高效液相色谱测定方法，采用本发明的方法快速有效，具有分离效果好、测定准确、专属性强，分析简便快速等技术特点。

1. 一种电子电气产品中地乐酚含量的测定方法,其特征在于:所述测定方法包括如下的步骤:

称取经拆分粉碎好的试样,加入提取溶剂,超声提取或索氏提取,提取液经过滤获得试样溶液,待测;

称取地乐酚标准品,用提取溶剂溶解并定容后作为储备液,然后进一步用提取溶剂稀释为具有浓度梯度的标准使用液;

利用高效液相色谱仪对试样处理液进行分离检测,外标法定量。

2. 根据权利要求 1 所述的测定方法,其特征在于,所述提取溶剂为甲醇、乙醇或乙腈。

3. 根据权利要求 1 所述的测定方法,其特征在于,所述试样为电子电气产品。

4. 根据权利要求 1 所述的测定方法,其特征在于,所述的提取方法为超声提取或索氏提取。

5. 根据权利要求 1 所述的测定方法,其特征在于,所述的利用高效液相色谱仪对试样处理液进行检测的条件为:

色谱柱:以碳十八烷基键合硅胶为填充剂;

流动相:乙腈 +1% 乙酸水溶液,乙腈体积比为 50% -70%,1% 乙酸水体积比为 50% -30%;

流速:0.8-1.5mL/min;

进样量:5-20 μ L;

柱温:25-40°C;

波长:275nm;

并根据保留时间定性,外标峰面积法定量。

一种电子电气产品中地乐酚含量的测定方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种地乐酚含量的测定方法,具体涉及一种通过高效液相色谱仪对电子电气产品中地乐酚含量的测定方法。

背景技术

[0002] 地乐酚 (CAS :88-85-7),英文名称 Dinoceb,化学式 $C_{10}H_{12}N_2O_5$,4,6- 二硝基邻仲丁基酚。相对分子质量为 240. 21,密度 :1. 29,沸点 :318. 1℃,熔点 :55. 5℃。地乐酚属于剧毒化合物,作为农药,可以控制种子、幼苗和树木的生长,被广泛用于农作物生长,地乐酚可用作苯乙烯阻聚剂及农药中间体。

[0003] 地乐酚作为农药,残留量的分析在国内外开展较早。普遍采用气相色谱电子俘获检测器测定其甲基化衍生物,也有采用液相色谱 - 串联质谱检测进出口食品中地乐酚的残留量。《现代商检科技 1998,8(6)》公开了用重氮甲烷为衍生试剂,采用气相色谱 - 电子捕获检测器测定栗子中地乐酚的残留量。

[0004] 但目前还没有对地乐酚在电子电气产品中含量的研究,且采用重氮甲烷衍生比较危险,衍生化产物保留时间较短,易显阳性;高效液相色谱 - 质谱 / 质谱法较快速,检出限较低,但是由于仪器本身比较昂贵,方法较难普及。为寻求电子电气产品中地乐酚的检测方法,本发明人经过系统的对比研究,提供了一种采用高效液相色谱法测定电子电气产品中地乐酚含量的方法。

发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题在于,克服上述现有技术的缺陷而提供一种简便快速的电子电气产品中地乐酚含量的测定方法。

[0006] 本发明为实现上述目的,所采用的技术方案包括以下步骤:

[0007] 称取 0.5-1g 经拆分粉碎制备好的试样于容量瓶中,加入 15-50ml 提取溶剂,超声提取 1-4h,提取液经有机滤膜过滤,滤液待测。

[0008] 或称取 0.5-1g 制备好的试样于索氏提取瓶中,加入 25-50ml 提取溶剂,索氏提取 2-6h,提取液经旋转蒸发仪浓缩近干后,用 1ml 提取溶剂溶解,经有机滤膜过滤,滤液待测。

[0009] 称取地乐酚标准品,用提取溶剂溶解并定容后作为储备液,然后进一步用提取溶剂稀释为具有浓度梯度的标准使用液。

[0010] 利用高效液相色谱仪对试样处理液进行检测。

[0011] 优选地,所述提取溶剂为甲醇、乙醇或乙腈。

[0012] 优选地,所述标准使用液的浓度为 0.1、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0mg/L 的标准使用液。

[0013] 所述利用高效液相色谱仪对试样处理液进行检测的条件为:色谱柱:以碳十八烷基键合硅胶为填充剂;流动相:乙腈 +1% 乙酸水溶液,乙腈体积比为 50% -70%,1% 乙酸水体积比为 50% -30%;流速:0.8-1.5mL/min;进样量:5-20 μ L;柱温:25-40℃;波长:

275nm；并根据保留时间定性，外标峰面积法定量。

[0014] 本发明的优点是：采用本发明的方法检测电子电气产品中地乐酚的含量，快速有效。由此可见，本发明的方法，为检测电子电气产品中地乐酚的检测，提供了一种可靠的便于实施的方法，能够满足研究和生产的需要。

具体实施方式

[0015] 下面结合具体实施例对本发明作进一步详细说明，但本发明并不局限于具体实施例。

[0016] 实施例塑料壳中地乐酚含量的检测

[0017] 1. 样品前处理

[0018] 将塑料壳试样低温粉碎，称取1g试样，精确至0.001g，置于索氏提取瓶中，加入50mL甲醇，70℃回流4h；取出冷却至室温，将萃取溶液转移至100mL圆底烧瓶中，于40℃经旋转蒸发浓缩近干，加入1mL甲醇溶解，经0.22μm有机滤膜过膜后，滤液待高效液相色谱分析。

[0019] 2. 高效液相色谱法测定

[0020] 按照高效液相色谱条件测定样品和标准工作溶液，用标准曲线对样品溶液浓度进行校正，外标法定量。检测条件为：

[0021] 色谱柱：以碳十八烷基键合硅胶为填充剂；

[0022] 流动相：乙腈+1%乙酸水=60+40(V/V)

[0023] 流速：1.0mL/min；

[0024] 进样量：20μL；

[0025] 柱温：35℃；

[0026] 波长：275nm。

[0027] 在此检测条件下，地乐酚的保留时间为12.7min。

[0028] 3. 线性关系

[0029] 精密称取地乐酚标准品（纯度93.0%）11.87mg，甲醇溶解并定容为10.0mL，配制成浓度为1104mg/L的标准储备液，用甲醇逐级稀释得0.1、0.5、1、2、5、10mg/L的标准使用液，按浓度从低到高顺序，依照上述色谱条件测定。每一浓度测定3次，按其标准溶液浓度C(mg/L)与对应平均峰面积A作标准曲线图，计算回归方程为A=50.22C-2.31，相关系数为0.9976。

[0030] 4. 回收率和精密度

[0031] 塑料壳中地乐酚的检测结果为未检出。采用此阴性样品进行加标测定其准确度，加标量分别为1μg和5μg，每个浓度平行测定三次，平均回收率分别为89.4%和90.1%，相对标准偏差分别为3.5%和3.2%。

[0032] 5. 检测低限

[0033] 以阴性样品进行添加试验，以3倍信噪比所对应的浓度为最低检测浓度，当取样量为1.0g时，浓缩体积为1mL时，地乐酚的检测低限为0.2mg/kg。

[0034] 上述实施例仅供说明本发明之用，而并非是对本发明的限制，有关技术领域的普通技术人员，在不脱离本发明范围的情况下，还可以作出各种变化和变型，因此所有等同的

技术方案也应属于本发明的范畴，本发明的专利保护范围应由各权利要求限定。