

ICS 71.080.30

CCS G 17

备案号:

SH

中华人民共和国石油化工有限公司标准

SH/T 1498.6—202X

代替 SH/T 1498.6—1997

尼龙 66 盐

第 6 部分：硝酸盐含量的测定

高效液相色谱法

Nylon 66 Salt-

Part 6: Determination of content of nitrates-

High performance liquid chromatography

报批稿

202X - XX - XX 发布

202X- XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

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。

SH/T 1498《尼龙66盐》分为如下几部分：

- 第1部分：规格；
- 第2部分：灰分的测定；
- 第3部分：总挥发碱含量的测定；
- 第4部分：假硝酸含量的测定；
- 第5部分：假二氨基环己烷含量的测定 紫外分光光度法；
- 第6部分：硝酸盐含量的测定 高效液相色谱法；
- 第7部分：UV指数的测定 紫外分光光度法。

本文件为 SH/T 1498 的第6部分。

本文件代替 SH/T 1498.6-1997《尼龙66盐中硝酸盐含量的测定 分光光度法》。

本文件与 SH/T 1498.6-1997 相比，除编辑性修改外主要变化如下：

- a) 文件名称修改为《尼龙66盐 第6部分：硝酸盐含量的测定 高效液相色谱法》；
- b) 增加了术语和定义（见第3章）；
- c) 用高效液相色谱法代替原有的分光光度法（见第1、4、5、6、7、8、9、10章，1997年版的第1、3、4、5、6、7、8、9章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油化工集团有限公司提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会（SAC/TC63/SC4）归口。

本文件起草单位：河南神马尼龙化工有限责任公司、中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本文件起草人：赵铎 史红军 张昌会 刘水侠 王川 张敏 吕献然 华东旭 卢磊 李诚炜 原冬燕 赵晓伟

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

SH 1498-1992、SH/T 1498.6-1997。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

尼龙 66 盐

第 6 部分：硝酸盐含量的测定 高效液相色谱法

警示：本文件并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施，保证符合国家有关法规的规定。

1 范围

本文件规定了测定尼龙 66 盐中硝酸盐含量的高效液相色谱法。

本文件适用于尼龙 66 盐中硝酸盐含量的测定，最低测定含量为 0.15 mg/kg。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 6680 液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

SH/T 1498.1-202X 尼龙 66 盐 第 1 部分：规格

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

使用高效液相色谱仪，以乙腈-磷酸盐水溶液为流动相，尼龙 66 盐试样中硝酸根离子经阴离子交换色谱柱分离，用紫外检测器进行检测，外标标准曲线法定量测定。

5 试剂与材料

5.1 除另有注明外，本文件所用水均符合 GB/T 6682 中规定的一级水的规格。

5.2 硝酸盐 (NO_3^-) 标准溶液：可按以下方法制备，也可购买市售有证标样。

将硝酸钾（分析纯）于 $120^\circ\text{C}\sim 130^\circ\text{C}$ 干燥至恒重，称取 1.630g，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。此溶液硝酸盐 (NO_3^-) 浓度为 1 mg/mL。

5.3 乙腈：高效液相色谱（HPLC）级。

5.4 磷酸：色谱级，含量 85%。

5.5 氨水：优级纯。

5.6 氨水溶液：氨水（5.5）和水配制成体积比为（1:1）的溶液。

5.7 微孔滤膜：孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 的再生纤维素滤膜

5.8 乙腈-磷酸盐水溶液：按以下方法配制

在 3L 的玻璃瓶内加入 35mL 磷酸和 1150mL 乙腈，用水稀释至 3L 后摇匀，用（1:1）氨水溶液将 pH 值调至 3.40 ± 0.02 ，使用前经 $0.45\mu\text{m}$ 的微孔滤膜过滤，超声波脱气。

6 仪器与设备

6.1 高效液相色谱仪：配高压平流泵和紫外检测器。

6.2 平头微量注射器：1mL。

6.3 分析天平：感量 0.1mg。

6.4 真空抽滤装置。

6.5 超声波清洗器。

6.6 pH 计：精度 0.01。

6.7 色谱柱：

推荐的色谱柱及操作条件和典型色谱图见附录 A。

7 采样

按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679、GB/T 6680 规定的安全与技术要求采取样品。

8 操作步骤

8.1 设定操作条件

开启色谱仪并进行必要的调试,以达到表 A.1 所示的典型操作条件或能获得同等分离的其他条件。待基线稳定后可开始进行样品的测定。

新色谱柱达到平衡需 4h~6h,使用前活化处理。

8.2 标准曲线的绘制

8.2.1 硝酸盐 (NO_3^-) 标准工作溶液 (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

准确量取硝酸盐 (NO_3^-) 标准溶液 (5.2) 1mL 于 100mL 的容量瓶中,用乙腈-磷酸盐水溶液定容,摇匀。此标准溶液浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

8.2.2 系列标准溶液的配制

按表 1 要求,在 7 支 100mL 的容量瓶中依次准确加入硝酸盐(NO_3^-)标准工作溶液(8.2.1) 0.00、0.30、0.60、1.00、2.00、3.00、3.60mL,用乙腈-磷酸盐水溶液定容,摇匀。其对应的硝酸盐 (NO_3^-) 的质量分别为 0.0、3.0、6.0、10.0、20.0、30.0、36.0 μg 。确认仪器设定条件稳定后,将配制好的标准溶液依次注入液相色谱仪,记录其色谱图及硝酸盐 (NO_3^-) 的峰面积,以峰面积为横坐标,对应的硝酸盐 (NO_3^-) 的质量为纵坐标,绘制标准曲线。

表 1 硝酸盐 (NO_3^-) 标准曲线配制表

| 硝酸盐 (NO_3^-) 标准工作溶液的体积 (mL) | 对应硝酸盐 (NO_3^-) 的质量 (μg) |
|--|---|
| 0.00 | 0.0 |
| 0.30 | 3.0 |
| 0.60 | 6.0 |
| 1.00 | 10.0 |
| 2.00 | 20.0 |
| 3.00 | 30.0 |
| 3.60 | 36.0 |

8.3 样品测定

8.3.1 试样溶液配制

尼龙 66 盐 (结晶盐): 称取 (3.00 ± 0.01)g 试样,精确至 0.1mg,移入 100mL 的容量瓶中,用乙腈-磷酸盐水溶液溶解试样,定容,摇匀。

尼龙 66 盐 (水溶液): 根据 SH/T 1498.1-202X 附录 A 测得的尼龙 66 盐含量,按式 (1) 计算,称取 ($m_1 \pm 0.01$)g 样品于 100mL 容量瓶中,精确至 0.1mg,用乙腈-磷酸盐水溶液定容,摇匀。

$$m_1 = \frac{300}{w} \dots\dots\dots (1)$$

式中

m_1 —— 尼龙 66 盐（水溶液）试样质量的数值，单位为克（g）；

w —— 按 SH/T 1498.1-202X 附录 A 测得的尼龙 66 盐含量的数值，%（质量分数）。

8.3.2 样品测量

将试样溶液注入液相色谱仪，根据测得的峰面积在标准曲线上查得对应的硝酸盐(NO_3^-)的质量数。

8.4 结果计算

尼龙 66 盐中硝酸盐含量按式（2）计算。

$$w = \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w —— 尼龙 66 盐中硝酸盐含量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_2 —— 在标准曲线上查得的硝酸盐的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m —— 尼龙 66 盐（结晶盐）或尼龙 66 盐（水溶液）折干基的质量的数值，单位为克（g）。

9 结果的表示

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果，精确至 0.01mg/kg。

10 重复性

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测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.10 mg/kg，以大于 0.10 mg/kg 情况不超过 5%为前提。

11 试验报告

报告应包括如下内容：

a) 有关样品的全部资料，例如样品的名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等。

b) 本文件编号。

c) 分析结果。

d) 测定时观察到的任何异常现象的细节及其说明。

e) 分析人员的姓名及分析日期等。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录A
(规范性附录)

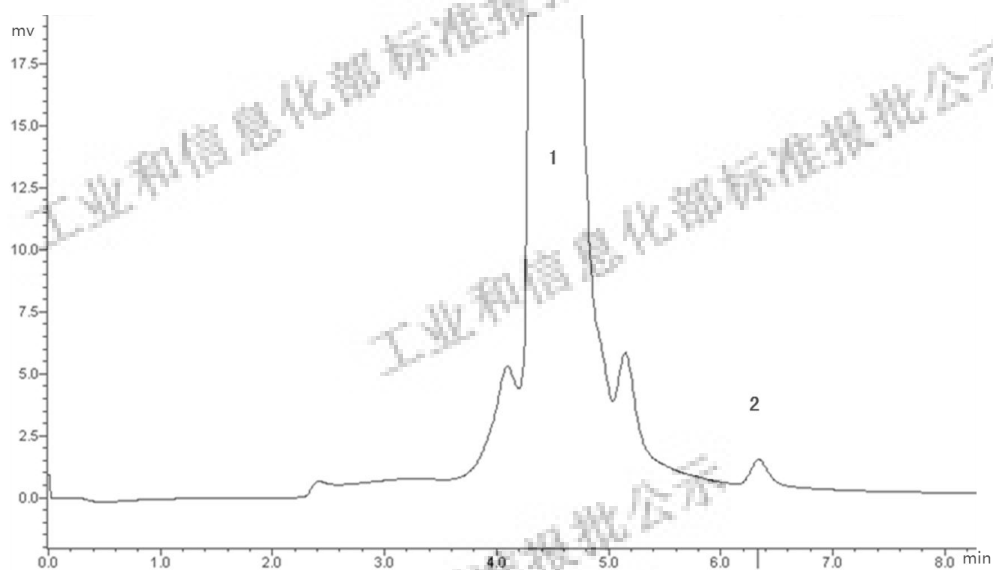
色谱操作条件和典型色谱图

A.1 推荐的色谱柱和典型操作条件见表A.1

表 A.1 推荐的色谱柱及典型操作条件

| 检测方法 | 离子交换色谱法 | |
|------|---|----------------------------------|
| 色谱柱 | 强碱性阴离子交换柱 | 弱碱性阴离子交换柱 |
| 填料 | 季胺基化学键合型硅胶 如: Agilent PL-SAX | 叔胺基化学键合型硅胶 如: TSKgel DEAE-2SW |
| 粒径 | 10 μ m | 5 μ m |
| 内径 | 4.6mm | 4.6mm |
| 柱长 | 250mm | 250mm |
| 流动相 | 磷酸: 乙腈: 水=1:33:52 (体积比), 用氨水溶液调节 pH 为 (3.40 \pm 0.02) | |
| 流速 | 0.8 mL/min | |
| 检测波长 | 210 nm | |
| 进样量 | 20 μ L | |
| 柱温 | 40 $^{\circ}$ C | |

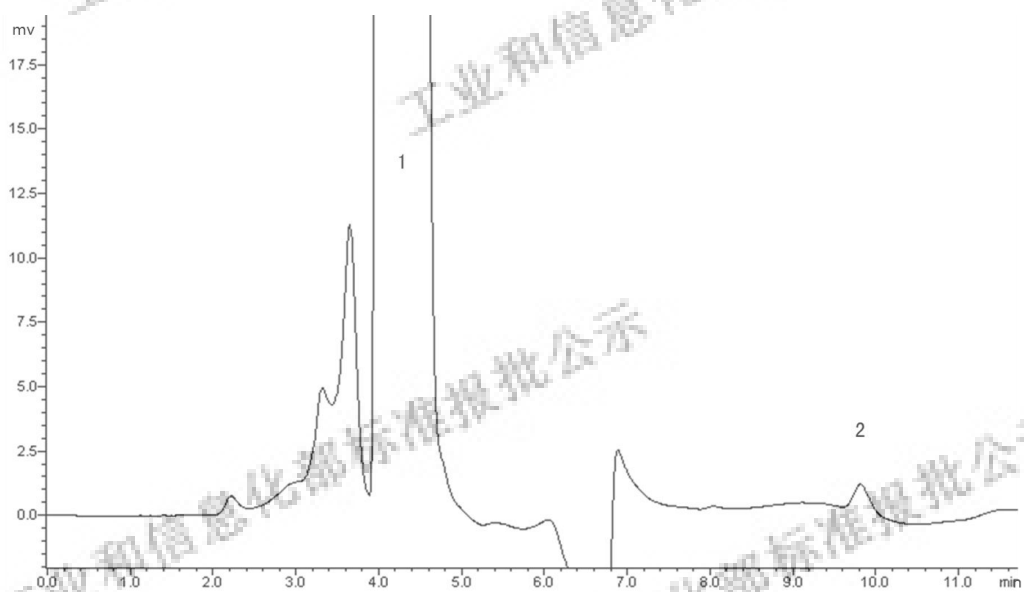
A.2 尼龙66盐硝酸盐含量测定的典型色谱图见图A.1、图A.2



说明:

- 1 尼龙 66 盐
2 硝酸盐 (NO_3^-)

图A.1 强碱性阴离子交换柱典型色谱图



说明:

- 1 尼龙 66 盐
2 硝酸盐 (NO_3^-)

图A.2 弱碱性阴离子交换柱典型色谱图