

中华人民共和国国家标准

聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量 测定方法 气相色谱法

GB 12005.5—89

Determination for residual acrylamide content of
polyacrylamide—Gas chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了从聚丙烯酰胺中浸取残留丙烯酰胺并用气相色谱仪测定其含量的方法。

本标准适用于粉状及胶状非离子型聚丙烯酰胺和阴离子型聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量的测定。

本标准适用于丙烯酰胺含量高于0.01%，特别是高于0.05%的试样的测定。

2 引用标准

GB 4946 气相色谱法术语

GB 12005.2 聚丙烯酰胺固含量测定方法

3 方法提要

用规定体积和浓度的甲醇-水溶液浸取聚丙烯酰胺至平衡，用气相色谱法测定浸取液中丙烯酰胺色谱峰面积，并将其与丙烯酰胺标准样品的工作曲线比较，即可得到聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺的含量。

4 试剂和材料

本方法所用试剂和水均为分析纯试剂及蒸馏水。

- 4.1 甲醇。
- 4.2 混合溶剂：甲醇-水，体积比8:2。
- 4.3 氮气：纯度99.99%。
- 4.4 载体：Chromosorb W-HP型，粒度60~80目。
- 4.5 固定液：聚乙二醇，分子量20000。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器，灵敏度小于或等于 $1 \times 10^{-10} \text{g/s}$ 。
- 5.2 进样器：2 μL 或5 μL 微量注射器。
- 5.3 色谱柱：长2m，内径3mm的不锈钢柱，装填表面涂有与其重量比为20%聚乙二醇固定液的Chromosorb W-HP载体。使用前该色谱柱需在175~180℃，以20mL/min的氮气流老化处理12h以上。
- 5.4 记录器：满标量程5mV。
- 5.5 分析天平：感量0.0001g。
- 5.6 康氏振荡器或电磁搅拌器。

国家技术监督局1989-12-25批准

1990-11-01实施

6 试样溶液的制备

6.1 粉状聚丙烯酰胺试样

6.1.1 在已经干燥好的100 mL磨口具塞锥形瓶中称量2.9~3.1g试样,准确至0.0001g,用移液管吸取30mL混合溶剂于其中,盖好瓶塞。

6.1.2 摇动锥形瓶,使试样分散均匀,在室温下放置20h。然后将锥形瓶妥善地固定在康氏振荡器上,勿使瓶塞松动,于室温下振荡4h。静置后取上层清液作为试样溶液。

注:除用康氏振荡器外,也可以用电磁搅拌器,以能将试样搅动为宜。

6.2 胶状聚丙烯酰胺试样

在已干燥的250 mL磨口具塞锥形瓶中称量9~11g试样,准确至0.0001g。往其中加入相当于试样含水体积4倍的甲醇。盖好瓶塞,按6.1.2操作。

7 操作步骤

7.1 调整仪器

7.1.1 气化室温度:230℃。

7.1.2 柱温:165℃。

7.1.3 检测器温度:230~240℃。

7.1.4 气体流速:氮气流速20mL/min;氢气流速50mL/min;空气流速550mL/min。

7.1.5 柱前压:约0.16MPa。

7.1.6 记录仪走纸速度:根据要求和色谱峰宽窄适当选择。

7.2 校准

7.2.1 外标法

按GB 4946中的5.15进行。

7.2.2 丙烯酰胺标准样品的制备

将工业品或化学纯的固体丙烯酰胺经二次重结晶处理,即得含量为99%的丙烯酰胺标准样品。

7.2.3 丙烯酰胺标准样品溶液的配制

7.2.3.1 称取 0.1000 ± 0.0001 g丙烯酰胺置于100 mL烧杯中,加入约15mL混合溶剂溶解。将溶解好的丙烯酰胺溶液定量转移到50mL容量瓶中,用混合溶剂稀释至刻度,得到含量为2.00mg/mL的丙烯酰胺标准样品溶液。

7.2.3.2 用移液管分别吸取5及10mL 7.2.3.1的溶液加入20mL容量瓶中,用混合溶剂稀释至刻度,得到含量为0.50mg/mL及1.00mg/mL的丙烯酰胺标准样品溶液。

7.2.3.3 用移液管吸取5mL 7.2.3.1的溶液加入50mL容量瓶中,用混合溶剂稀释至刻度,得到含量为0.20mg/mL的丙烯酰胺标准样品溶液。

7.2.3.4 用移液管吸取1,2,5,10mL 7.2.3.3的溶液,分别加入4个20mL容量瓶中,用混合溶剂稀释至刻度,得到含量分别为0.01,0.02,0.05,0.10mg/mL的丙烯酰胺标准样品溶液。

7.2.4 工作曲线的绘制

7.2.4.1 按照7.1条调节色谱仪使之稳定一段时间,待记录仪基线呈直线后,用微量注射器分别吸取含量为0.01,0.02,0.05,0.10,0.20,0.50,1.00,2.00mg/mL的丙烯酰胺标准样品溶液2μL注入气相色谱仪内,并适当调节衰减,使色谱峰在记录纸上处于适当位置。

7.2.4.2 根据记录仪记录的不同丙烯酰胺标准样品溶液的色谱峰大小计算面积。

7.2.4.3 在双对数坐标纸上,以7.2.4.1中各丙烯酰胺标准样品溶液的含量为横坐标,以相应含量的色谱峰面积为纵坐标作图,得到线性工作曲线。该工作曲线可绘制两条:由丙烯酰胺含量等于和小于0.20mg/mL的各点对相应各色谱峰面积作图得一条直线;由丙烯酰胺含量大于0.10mg/mL的各点对相应色谱峰面积作图得另一直线。

7.3 测定

7.3.1 在7.1条的条件下,吸取2 μL 试样溶液注入气相色谱仪内,并对试样溶液作三次平行试验,相应得到三个色谱峰。

7.3.2 根据记录仪得到的试样溶液中丙烯酰胺的色谱峰大小计算面积。

7.4 色谱图

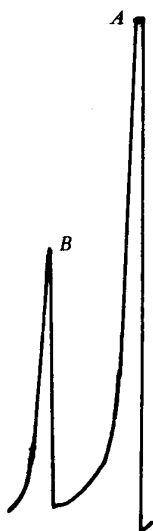


图 1 丙烯酰胺标准样品色谱图
A—甲醇峰, B—丙烯酰胺标准样品色谱峰

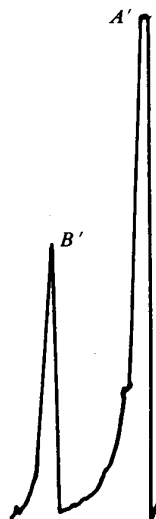


图 2 试样溶液中丙烯酰胺色谱图
A'—甲醇峰; B'—试样溶液中丙烯酰胺色谱峰

7.4.1 取三个色谱峰面积的平均值作为试样溶液中丙烯酰胺色谱峰面积。如果单个测定值与算术平均值的偏差大于20%,应重新测定。

7.4.2 由色谱峰面积,在工作曲线上查得对应的丙烯酰胺含量。

8 结果表示

8.1 按下式计算试样中残留丙烯酰胺含量:

$$AM = \frac{a \cdot V}{m \cdot s \times 1000} \times 100$$

式中: AM —— 残留丙烯酰胺含量, %;

a —— 由工作曲线查得的丙烯酰胺含量, mg/mL;

m —— 试样质量, g;

s —— 试样的固含量(按GB 12005.2测定), %;

V —— 试样溶液中甲醇与水的体积之和, mL。

8.2 由8.1条计算出的结果,其数值修约到小数点后第二位。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 注明按照本国家标准;
- b. 试样的名称、型号、生产厂家、生产日期等;

- c. 试样中残留丙烯酰胺含量；
 - d. 试验人员及日期。
-

附加说明：

本标准由全国塑料标准化技术委员会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会物理力学方法分技术委员会归口。

本标准由黑龙江大学负责起草。

本标准主要起草人张凤莲。