

聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量
测定方法 液相色谱法

GB 12005.4—89

Determination for residual acrylamide of
polyacrylamide — Liquid 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液相色谱法测定其含量的方法。
本标准适用于测定残留丙烯酰胺含量为0.01%以上的粉状和胶状聚丙烯酰胺。

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试样至浸取平衡。以阳离子交换树脂为色谱柱固定相，水为流动相，对所得浸取液进行液相色谱分离。用紫外检测器测定丙烯酰胺的色谱峰，利用外标法计算残留丙烯酰胺的含量。

4 试剂

本方法所用试剂均为分析纯试剂。

4.1 甲醇。

4.2 液相色谱流动相：蒸馏水经阳离子及阴离子交换树脂混合床处理的去离子水。

4.3 苯。

5 仪器

5.1 液相色谱仪

5.1.1 泵流泵

- a. 流量范围：0.01~5 mL/min；
- b. 工作压力： 2.45×10^7 Pa；
- c. 压力波动： $\pm 1\%$ ；
- d. 流量稳定性： $\pm 1\%$ （流量应大于0.15 mL/min，小于5 mL/min）。

5.1.2 紫外检测器

- a. 波长：200~800 nm；
- b. 波长精度： ± 2 nm。

5.1.3 六通阀

具有定量取样管，体积约为0.1 mL。

5.1.4 色谱柱

5.1.4.1 色谱柱类型

填充柱。

5.1.4.2 色谱柱的特征

- a. 材料：钛钢管；
- b. 长度：300 mm；
- c. 内径：6 mm；
- d. 形状：直形。

5.1.4.3 固定相

300~400目的2×8阳离子交换树脂。

5.1.5 记录器

- a. 量程：1 mV ~ 5 V；
- b. 走纸速度：0.01 ~ 5 mm/s。

5.2 分析天平

感量0.0001g。

5.3 其他

试验室常规玻璃仪器。

6 试样溶液制备

6.1 称取0.1~0.15g粉状或胶状聚丙烯酰胺试样精确至0.0001g，放入已干燥的50mL磨口具塞锥形瓶中。用移液管吸取10mL体积比为8:2的甲醇水溶液浸泡试样，轻轻摇动，使其散开。浸泡6h以后，可间断摇动3~4次，浸泡24h后，待测定。

6.2 分子量过大及粒度较大的非离子型聚丙烯酰胺试样，用体积比7.5:2.5的甲醇水溶液浸泡。其他操作同6.1条。

6.3 胶状聚丙烯酰胺试样，在称样前将其剪成小碎块，再进行称样。如不能剪碎者，浸泡6h后，用不锈钢小勺将试样捣碎，再继续浸泡至24h。其他操作同6.1条。

7 操作步骤**7.1 调整仪器**

- 7.1.1** 色谱柱温度：常温。
- 7.1.2** 流动相流速：1.3 mL/min。
- 7.1.3** 紫外检测器波长：210 nm。
- 7.1.4** 记录仪量程及走纸速度根据要求的色谱峰大小进行适当选择。

7.2 校准**7.2.1 外标法**

按GB 4946规定。

7.2.2 丙烯酰胺标准样品的制备

工业品或化学纯的固体丙烯酰胺经苯二次重结晶，得含99%以上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 称取丙烯酰胺标准样品 0.1000 ± 0.0001 g放入10mL烧杯中，加入无离子水使其完全溶解，定量转移至100mL容量瓶中，再用无离子水稀释至刻度，该溶液为1mg/mL的丙烯酰胺溶液。

7.2.3.2 用移液管吸取1mg/mL的丙烯酰胺溶液5mL，放入50mL容量瓶中，用无离子水稀释至刻度，该溶液为0.1mg/mL的丙烯酰胺溶液。

7.2.3.3 用吸量管吸取0.1mg/mL的丙烯酰胺溶液0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0mL，分别放入10mL容量瓶中，用无离子水稀释至刻度，该溶液分别为0.001mg/mL, 0.005mg/mL, 0.01mg/mL,