

中华人民共和国国家标准

水源水中丙烯酰胺卫生检验标准方法 气相色谱法

GB 11936—89

Standard method for hygienic examination of acrylamide
in drinking water sources — Gas chromatography

1 主题内容和适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定水源水中的丙烯酰胺。

本标准适用于水源水中丙烯酰胺的测定。水样中余氯大于 1.0 mg/L 时有负干扰；本法最低检测量为 0.015 μg 丙烯酰胺，若取 100 mL 水样测定，则最低检测浓度为 1.5×10^{-4} mg/L。

2 原理

在 pH1~2 的条件下，丙烯酰胺与新生态的溴发生加成反应，生成 α-β-二溴丙酰胺，用乙酸乙酯萃取，以气相色谱-电子捕获检测器测定。

3 试剂

3.1 2,3-二溴丙酰胺标准贮备溶液：称取 0.010 0 g 2,3-二溴丙酰胺($\text{CH}_2\text{BrCHBrCONH}_2$ ，又名 α-β-二溴丙酰胺，2,3-DBPA)置于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯(3.7)溶解并稀释至刻度。此贮备溶液 1.00 mL 含 0.1 mg 2,3-DBPA。

2,3-二溴丙酰胺(2,3-DBPA)的制备方法：称取 3.5 g 丙烯酰胺($\text{CH}_2\text{CHCONH}_2$)置于 250 mL 抽滤瓶中(瓶塞应事先将橡皮塞打孔并用玻璃纸包裹)，用 25 mL 纯水溶解，加入 15.0g 溴化钾及 10 mL 3 mol/L 硫酸溶液，混匀，置于暗处。插入装有 12% 溴酸钾溶液的滴定管，抽滤瓶连接水泵抽气，逐滴加入 25 mL 溴酸钾溶液并振摇。此时，逐渐产生白色针状结晶，放置 1 h 后，加入 10% 亚硫酸钠溶液除去剩余溴，用布氏漏斗抽滤(事先铺一层定量滤纸)，用少量纯水淋洗结晶，置于暗处晾干。经苯重结晶，其熔点应为 132℃。

3.2 2,3-二溴丙酰胺标准使用溶液：取 1.00 mL 标准贮备溶液(3.1)于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯(3.7)稀释至刻度后，再吸取 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯(3.7)稀释至刻度。此标准溶液 1.00 mL 含 0.1 μg 2,3-DBPA。

3.3 硫酸溶液(1+9)。

3.4 溴化钾。

3.5 溴酸钾溶液(0.1 mol/L)：称取 1.67 g 溴酸钾，用纯水溶解并稀释至 100 mL。

3.6 硫代硫酸钠溶液(1 mol/L)：称取 24.8 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，用纯水溶解并稀释至 100 mL。

3.7 乙酸乙酯，重蒸馏。

3.8 无水硫酸钠，400℃灼烧 2 h。

3.9 固定相：