



中华人民共和国国家标准

GB/T 29493.9—2014

纺织染整助剂中有害物质的测定 第 9 部分：丙烯酰胺的测定

Determination of harmful substances in textile dyeing and finishing auxiliaries—
Part 9: Determination of acrylamide

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 29493《纺织染整助剂中有害物质的测定》分为9个部分：

- 第1部分：多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法；
- 第2部分：全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)的测定 高效液相色谱-质谱法；
- 第3部分：有机锡化合物的测定 气相色谱-质谱法；
- 第4部分：稠环芳烃化合物(PAHs)的测定 气相色谱-质谱法；
- 第5部分：乳液聚合物中游离甲醛含量的测定；
- 第6部分：聚氨酯预聚物中异氰酸酯基含量的测定；
- 第7部分：聚氨酯涂层整理剂中二异氰酸酯单体的测定；
- 第8部分：聚丙烯酸酯类产品中残留单体的测定；
- 第9部分：丙烯酰胺的测定。

本部分为GB/T 29493的第9部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会(SAC/TC 134/SC 1)归口。

本部分起草单位：浙江理工大学、浙江省检验检疫科学技术研究院、浙江省检验检疫科学技术研究院台州分院、浙江传化股份有限公司、浙江安诺其助剂有限公司。

本部分主要起草人：陈海栢、谢维斌、王建玲、赵珊红、赵梅、赵婷、陈小利、汪磊。

纺织染整助剂中有害物质的测定

第9部分：丙烯酰胺的测定

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 29493 的本部分规定了纺织染整助剂中丙烯酰胺的测定方法。

本部分适用于各类纺织染整助剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

纺织染整助剂中的丙烯酰胺经水等溶剂提取，提取液经过滤后采用配有二极管阵列检测器或紫外检测器的高效液相色谱仪进行测定，外标法定量。

4 试剂

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

4.1 丙烯酰胺标准品：纯度 $\geq 99\%$ (质量分数)。

4.2 甲醇：HPLC 级。

4.3 乙腈：HPLC 级。

4.4 正己烷。

4.5 甲酸 $\geq 98\%$ (质量分数)。

4.6 甲酸溶液(10 mmol/L)：称取 0.47 g 甲酸(4.5)于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.7 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)：准确称取适量的丙烯酰胺标准品(4.1)，用甲醇(4.2)配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。

注：标准储备溶液于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存，有效期 3 个月。

4.8 标准中间溶液(10 $\mu\text{g/mL}$)：准确移取 1.0 mL 标准储备溶液(4.7)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，制成浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间溶液。

注：标准中间溶液于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存，有效期 1 个月。

4.9 标准工作溶液：分别移取 0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL 标准中间溶液(4.8)于 50 mL

容量瓶中,用水稀释至刻度。丙烯酰胺标准工作溶液浓度分别为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

注:建议现配现用标准工作溶液。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

5.2 色谱柱: C_{18} 柱,150 mm \times 4.6 mm(内径) \times 5 μm ;或 IonPac ICE-AS1,250 mm \times 4.0 mm(内径) \times 5 μm ;或相当者。

5.3 均质器。

5.4 漩涡混合器。

5.5 超声波发生器:频率为 40 kHz。

5.6 离心机:转速 4 000 r/min。

5.7 带旋盖离心管:50 mL。

5.8 容量瓶:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.9 微孔滤膜:0.45 μm 滤膜。

5.10 精密天平:感量 0.1 mg。

5.11 C_{18} 固相萃取柱:500 mg/3 mL,或相当者。

6 测定步骤

6.1 样品制备

称取已均质样品 0.5 g(精确至 0.01 g),置于 50 mL 离心管(5.7),加入 19.5 mL 水和 10 mL 正己烷(4.4),旋盖密封离心管,漩涡混合 5 min,再超声 20 min,然后于 4 000 r/min 下离心 15 min,提取下层水溶液过滤,滤液用于液相色谱分析。

6.2 净化

必要时,取 2 mL 上述滤液通过预先活化处理的固相萃取柱(5.11)进一步净化,弃去最初的 0.5 mL 流出液,收集剩余的流出液用于液相色谱分析。

6.3 空白试验

必要时进行空白试验。取 0.5 mL 水替代样品,其他试验按照 6.1 和 6.2 步骤同样进行。

6.4 测定

6.4.1 液相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数。用下列参数已被证明对测试是合适的:

- 色谱柱: C_{18} 柱,150 mm \times 4.6 mm(内径) \times 5 μm ;或 IonPac ICE-AS1,250 mm \times 4.0 mm(内径) \times 5 μm ;或相当者;
- 流动相:甲醇-水为 5+95(体积比);或乙腈-10 mmol/L 甲酸溶液为 30+70(体积比);
- 流速:0.5 mL/min;或 0.15 mL/min;

- d) 检测波长:202 nm;
- e) 进样量:20 μL ;
- f) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.2 标准工作曲线

按液相色谱条件(6.4.1)对标准工作溶液(4.9)依次进行测定。以标准工作溶液中丙烯酰胺的浓度(单位以 $\mu\text{g/mL}$ 表示)为横坐标,对应色谱峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线。按式(1)回归计算:

$$A = a \times c + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A —— 丙烯酰胺的峰面积;
- c —— 标准工作溶液中丙烯酰胺的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- a —— 回归曲线的斜率;
- b —— 回归曲线的截距。

标准工作曲线的相关系数应不小于 0.99。

6.4.3 定性、定量分析

按照液相色谱条件(6.4.1)对样液(6.1 或 6.2)和空白溶液(6.3)依次进样进行分析测定,以 DAD 扫描光谱图辅助保留时间定性。扣除空白值,获得丙烯酰胺的峰面积,以峰面积外标法定量。丙烯酰胺标准液相色谱图和 DAD 扫描光谱图参见附录 A、附录 B。

7 结果计算

用 6.4.3 测得的丙烯酰胺峰面积,通过标准工作曲线(6.4.2)获得丙烯酰胺的浓度 c ,浓度 c 的单位用 $\mu\text{g/mL}$ 表示。样品中丙烯酰胺的含量按式(2)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X —— 样品中丙烯酰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c —— 样液中丙烯酰胺的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V —— 提取液体积,为 20 mL;
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以平行测定结果值的算术平均值表示,按 GB/T 8170 进行修约,保留两位有效数字。

8 测定低限和精密度

8.1 测定低限

本方法对纺织染整助剂中丙烯酰胺含量的测定低限为 4 mg/kg 。

8.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,连续对同一被测对象进行独立的测试,所获得的两次独立测试结果的相对标准偏差不大于 20%。

9 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 采用的测试方法；
- c) 测试结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
丙烯酸胺标准液相色谱图

丙烯酸胺液相色谱图见图 A.1, 丙烯酸胺标准液相色谱图见图 A.2。

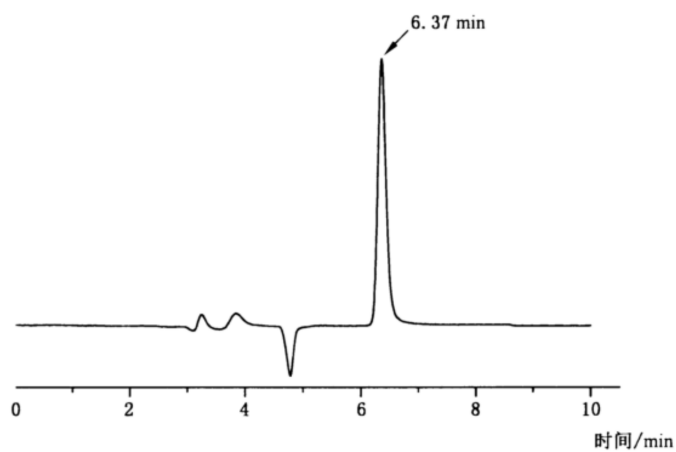


图 A.1 丙烯酸胺液相色谱图

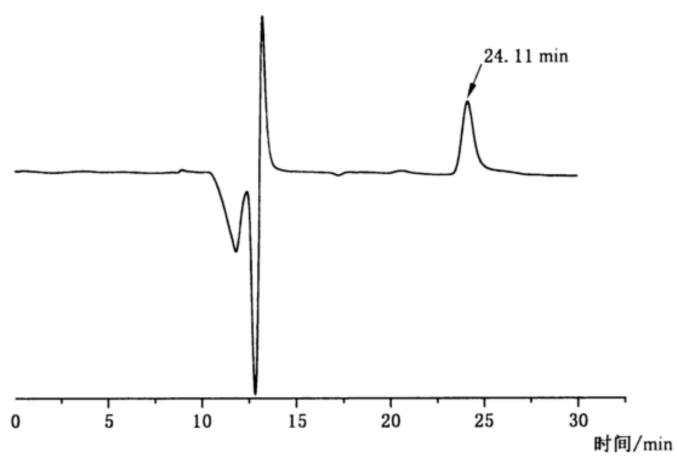


图 A.2 丙烯酸胺标准液相色谱图

附 录 B
(资料性附录)

丙烯酰胺标准 DAD 扫描光谱图

丙烯酰胺标准 DAD 扫描光谱图见图 B.1。

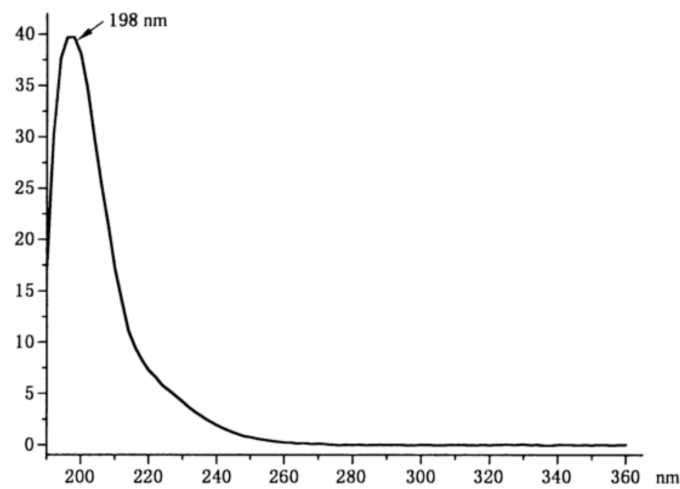


图 B.1 丙烯酰胺标准 DAD 扫描光谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织染整助剂中有害物质的测定
第 9 部分:丙烯酰胺的测定

GB/T 29493.9—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-50294 定价 16.00 元



GB/T 29493.9—2014

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

打印日期: 2014年12月25日 F009A

库七七 www.kqgw.com 提供下载