

水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的测定

Determination of acrylamide content in aqueous adhesive

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2017.8)

水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的测定

1 范围

本标准规定了采用气相色谱测试水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的方法。
本标准适用于水性胶粘剂残留单体含量的测定。

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，仅所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 2943 胶粘剂术语

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 定义和术语

GB/T 2943 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

用一定体积的无水甲醇提取试样中的丙烯酰胺，通过气相色谱仪进行分析，用氢火焰离子化检测器检测，用内标法定量。

5 试验设备

5.1 气相色谱仪：配有氢火焰检测器及程序升温控制器和 workstation，其灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的相关规定。

5.2 色谱柱：6%腈丙苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱（60m×0.32mm×1.0um），或分离能力相当的色谱柱。

5.3 进样器：5ul 或 10ul 微量注射器。

5.4 天平：精度 0.1mg。

5.5 振荡器：往复式或回旋式，可调速。

5.6 高速离心机：离心速度不小于 4000r/min。

6 试验材料

6.1 丙烯酰胺：色谱纯或以上。

6.2 无水甲醇：分析纯或以上。

6.3 异丁醇：色谱纯或以上。

7 状态调节

胶粘剂样品需在温度（23±2）℃，相对湿度（50±10）%条件下放置 24 h。

8 试验步骤

8.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂有毒，试验人员应具备实验室安全知识，操作时须小心谨慎！

8.2 气相色谱仪测试条件

8.2.1 进样口温度：230℃。

8.2.2 检测器温度：250℃。

8.2.3 柱温：程序升温，40℃保持 2min，然后以 10℃/min 升温至 210℃，保持 2min，再以 30℃/min 升温至 250℃，保持 2min。

8.2.4 进样量：1.0μl，分流比 1:1。

8.2.5 载气速率：1.2mL/min。

8.2.6 燃气速率：30mL/min。

8.2.7 助燃气速率：300mL/min。

也可根据测试样实际情况选择最佳气相色谱仪测试条件。

8.3 工作溶液配制

8.3.1 异丁醇工作溶液

准确称取0.2g~0.4g异丁醇，精确至0.1mg，质量记为 m_s ，用无水甲醇定容到100mL容量瓶中，摇匀备用。

8.3.2 丙烯酰胺工作溶液

准确称取0.5g~0.7g丙烯酰胺，精确至0.1mg，质量记为 m_i ，用无水甲醇定容到100mL容量瓶中，摇匀备用。

8.4 丙烯酰胺相对校正因子的测定

在同一配样瓶中加入30mL无水甲醇，再分别移取1.00mL上述的异丁醇和丙烯酰胺工作溶液，密封配样瓶，摇匀。

微量注射器吸取1μl混合液注入色谱仪，记录色谱图。

按式（1）计算丙烯酰胺的相对校正因子。

$$R_i = \frac{m_i \times A_s}{m_s \times A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

R_i ——丙烯酰胺的相对校正因子；

m_i ——丙烯酰胺的质量，单位为克(g)；

m_s ——内标物异丁醇的质量，单位为克(g)；

A_i ——丙烯酰胺的峰面积；

A_s ——内标物异丁醇的峰面积。

R_i 取两次测试的平均值，其相对偏差应小于5%，保留小数点后两位数字。

8.5 水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的测定

称取已搅拌均匀的水性胶粘剂样品约5g（准确至0.1mg）于250mL具塞的锥形瓶内，逐渐加入30mL无水甲醇（必要时用玻璃棒边搅拌分散边加入），移取加入1.00mL异丁醇工作溶液。在温度为40℃的振荡器中连续振荡3h，取出冷却至室温。

将试液转入离心管，离心处理。

用微量注射器吸取1ul上部清液注入色谱仪中，记录色谱图。

按式（2）计算试样中所含丙烯酰胺的残留单体含量。

$$W = \frac{m_s \times A_i \times R_i}{m \times A_s} \times 10^6 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

W ——试样中丙烯酰胺残留的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

R_i ——丙烯酰胺的相对校正因子；

m_s ——内标物的质量，单位为克（g）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

A_s ——内标物的峰面积；

A_i ——丙烯酰胺的峰面积；

平行测试两次，试验结果为两次测试值的平均值。

9 精密度

9.1 重复性

同一操作者两次测定结果的相对偏差不大于5%。

9.2 再现性

不同实验室间测试结果的相对偏差不大于10%。