

团 体 标 准

T/CNFIA XXX—XXXX

造纸化学品中丙烯酰胺含量的测定 液相色谱法

Determination of Acrylamide in papermaking reagents—

Liquid chromatography

(草案)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国食品工业协会 发 布

前言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国食品工业协会提出并归口。

本文件起草单位：XXXXXXXXXX。

本文件主要起草人：XXXXXXXXXX。

造纸化学品中丙烯酰胺含量的测定

液相色谱法

1 范围

本文件描述了造纸化学品中丙烯酰胺含量的测定方法。

本文件适用于干强剂或纤维增强剂、纤维改性剂、助留剂、助滤剂、施胶剂、絮凝剂、胶乳等造纸化学品中丙烯酰胺含量的测定。

2 规范性引用文件

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

造纸化学品 制浆、抄纸和纸加工等过程中，用以处理纤维原料、纸浆、原纸和涂布的各种化学功能助剂和过程助剂的总称。

4 原理

样品用水溶解、有机试剂沉淀，或用有机溶剂超声提取，过滤后用液相色谱法测定，峰面积外标法定量。

5 试剂与材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

5.1.2 乙腈(CH_3CN)：色谱纯。

5.1.3 硫酸(H_2SO_4)：优级纯，纯度 $\geq 98\%$ 。

5.1.4 硫酸溶液(3.6 mmol/L)：量取0.1 mL硫酸(5.1.4)，用水定容到500 mL。

5.1.5 80%甲醇溶液：准确量取800 mL甲醇(5.1.2)于1 L容量瓶中。用水定容到1 L。

5.2 标准品

丙烯酰胺($\text{C}_3\text{H}_5\text{NO}$, CAS 号：79-06-1)：纯度 $\geq 98\%$ ；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 丙烯酰胺标准储备液(1000 mg/L)：准确称取 0.05 g(精确至 0.1 mg)丙烯酰胺标准品(5.2)，用甲醇溶解后转移至 50 mL 容量瓶中，并用甲醇定容至刻度，于-20℃~-18℃下密闭保存，保存期为 6 个月。

5.3.2 丙烯酰胺标准中间液(100 mg/L)：准确移取 1 mL 丙烯酰胺标准储备液(5.3.1)于 10 mL 容量瓶中，并用甲醇定容至刻度，于-20℃~-18℃下密闭保存，保存期为 3 个月。

5.3.3 丙烯酰胺标准中间液(10 mg/L)：准确移取 0.1 mL 丙烯酰胺标准储备液(5.3.1)于 10 mL 容量瓶中，并用甲醇定容至刻度，于-20℃~-18℃下密闭保存，保存期为 3 个月。

5.3.4 丙烯酰胺标准工作液：取 6 个 10 mL 容量瓶，分别吸取丙烯酰胺标准中间液(5.3.3) 0.2 mL、0.5 mL 和丙烯酰胺标准中间液(5.3.2) 0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL，并用对应的空白基质定容至刻度，混匀。得到浓度为 0.2 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 的标准工作曲线。标准工作溶液应临用现配。

6 仪器与设备

6.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 超声波发生器。

6.3 分析天平：感量分别为 0.01 g 和 0.1 mg。

6.4 移液器：量程分别为 200 μ L、1.00 mL 和 10 mL。

6.5 尼龙微孔滤膜：0.45 μ m。

6.6 高速离心机：转速 $\geq$ 10000 r/min。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

7.1.1 对于干强剂，纤维增强剂、纤维改性剂等水溶性液体化学品：准确称取 1 g(精确到 0.1 g) 样品于 50 mL 比色管中，加入 15 mL 水(5.1.1)溶解样品，常温超声 30 min 后，取出，缓慢滴加乙腈(5.1.3)沉淀，边滴加边振荡，并用乙腈(5.1.3)定容到 50 mL，常温超声 30 min，静置 1 h。取 2 mL 清液于离心管中，10000 r/min 离心 10 min，0.45 μ m 微孔滤膜过滤后，供测定用。

7.1.2 对于胶乳，施胶剂等水溶性液体化学品：准确称取 1 g(精确到 0.1g) 样品于 50 mL 比色管中，加入 10 mL 水(5.1.1)溶解样品，常温超声 30 min 后，取出，缓慢滴加乙腈(5.1.3)沉淀，边滴加边振荡，并用乙腈(5.1.3)定容到 25 mL，常温超声 30 min 后，静置 1 h。取 2 mL 清液于离心管中，10000 r/min 离心 10 min，0.45 μ m 微孔滤膜过滤后，供测定用。

7.1.3 对于助留剂、助滤剂等非水溶液液体化学品：准确称取 1 g (精确到 0.1g)样品于 50 mL 比色管中，加入 10 mL 甲醇（5.1.2）溶解样品，涡旋 1 min，再缓慢滴加甲醇（5.1.2），边滴加边振荡，并用甲醇（5.1.2）定容到 25 mL，常温超声 60 min。取 2 mL 溶液于离心管中，10000 r/min 离心 10 min，0.45 μm 微孔滤膜过滤后，供测定用。

7.1.4 对于固体颗粒等化学品：准确称取 1 g (精确到 0.1g)样品于 50 mL 比色管中，加入 25 mL 80% 甲醇水（5.1.6）溶解样品，涡旋 1 min，常温超声 60 min。取 2 mL 溶液于离心管中，10000 r/min 离心 10 min，0.45 μm 微孔滤膜过滤后，供测定用。

注 1：如果样品在水或甲醇中无法溶解或者呈悬浊液状态（一般是非牛顿流体状态），可考虑更换其他溶剂进行溶解或提取。溶剂可选择：乙腈或丙酮。

注 2：对于 7.1.1 和 7.1.2 中的沉淀剂乙腈，也可用其他沉淀效果较好的沉淀剂(如甲醇)代替。

注 3：当 10000 r/min 转速下离心效果不佳、仍然有浑浊时，可将离心转速提升至 15000 r/min 或更高。

7.2 空白试样的制备

不加样品，按 7.1 进行前处理。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱参考条件

7.3.1.1 色谱柱：离子排斥色谱柱，250 mm $\times$ 4.6 mm，5 μm ，或等效柱。

7.3.1.2 流动相流速：0.25 mL/min。

7.3.1.3 进样量：20 μL 。

7.3.1.4 柱温箱温度：30 $^{\circ}\text{C}$

7.3.1.5 流动相：A=100%，A 为 3.6 mmol/L 硫酸溶液（5.1.5）

7.3.1.6 吸收波长：198 nm

7.3.2 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入液相色谱中，测定丙烯酰胺的峰面积，以标准工作溶液中丙烯酰胺的浓度为横坐标，以丙烯酰胺的仪器响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3.3 定性测试

按照 7.3.1 所列测定条件测定标准工作溶液（5.3.4）和试样溶液（7.1）。在相同的试验条件下进行测定时，若试样溶液中待测物的色谱峰的保留时间与相应标准品的色谱峰的保留时间的偏差在 $\pm 2.5\%$ 以内，则可认为试样溶液中存在丙烯酰胺。

7.3.4 定量测试

按照 7.3.1 所列测定条件测定空白溶液（7.2）和试样溶液（7.1）。在相同的试验条件下进行测定，得到丙烯酰胺的峰面积。根据标准曲线计算得到试样溶液中丙烯酰胺的含量。

8 结果计算与评估

试样中丙烯酰胺的含量用公式（1）计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品中丙烯酰胺的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——由标准工作曲线求得的样品溶液中丙烯酰胺的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——由标准工作曲线求得的方法空白溶液中丙烯酰胺的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的实际称样质量，单位为克（g）。

结果至少保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 20%。

10 其他

10.1 对于干强剂，纤维增强剂、纤维改性剂等水溶液液体化学品，当取样量为 1g、定容到 50 ml 时，本标准对丙烯酰胺的检出限是 5 mg/kg，定量限是 15 mg/kg。

10.2 对于胶乳，施胶剂等水溶液液体化学品，当取样量为 1g、定容到 25 ml 时，本标准对丙烯酰胺的检出限是 2.5 mg/kg，定量限是 7.5 mg/kg。

10.3 对于助留剂、助滤剂等非水溶液液体化学品，当取样量为 1g、定容到 25 ml 时，本标准对丙烯酰胺的检出限是 2.5 mg/kg，定量限是 7.5 mg/kg。

10.4 对于固体颗粒等化学品，当取样量为 1g、定容到 25 ml 时，本标准对丙烯酰胺的检出限是 2.5 mg/kg，定量限是 7.5 mg/kg。

附录 A
(资料性)
参考色谱图

丙烯酰胺标准溶液的色谱图见图 A.1。

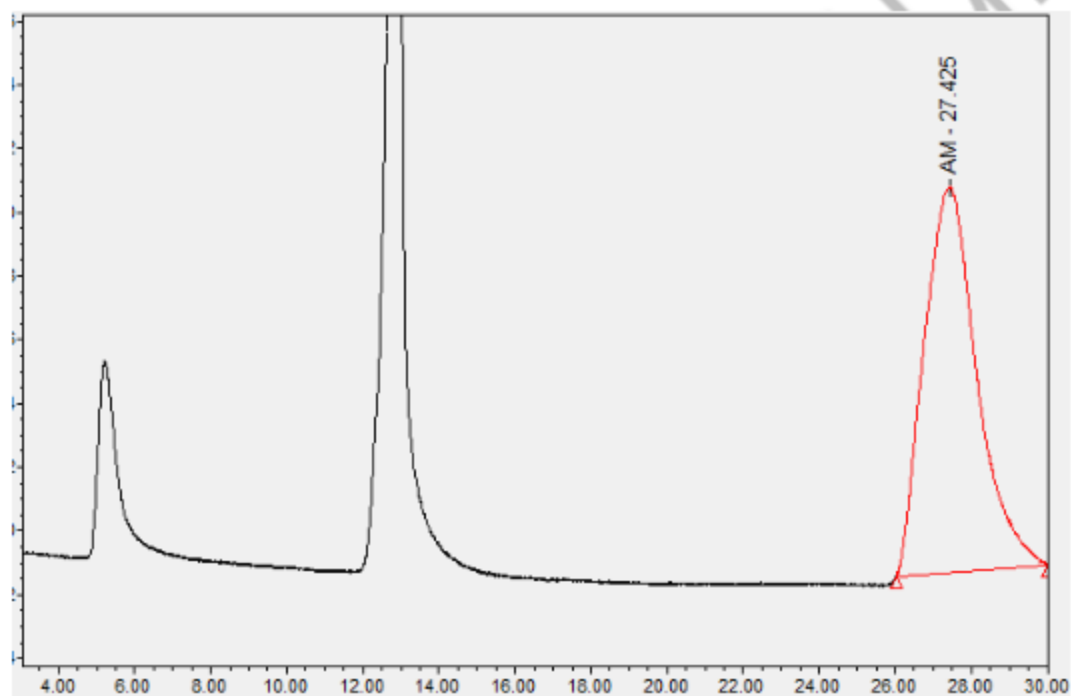


图 A.1 丙烯酰胺的标准溶液色谱图(1 mg/L)