

# T/GDCDC

团 体 标 准

T/XXX XXXX—XXXX

## 聚季铵盐中丙烯酰胺残留的测定 高效液相色谱法

Determination of acrylamide residuals in Polyquaternary ammonium salt-  
High performance liquid chromatography

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省日化商会 发布

# 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	3
2 规范性引用文件 .....	3
3 术语和定义 .....	3
4 原理 .....	3
5 试剂和材料 .....	3
6 仪器和设备 .....	3
7 样品 .....	4
8 高效液相色谱测定 .....	4
9 结果计算 .....	5
10 检出限、定量限和精密度 .....	5
附录 A（资料性） 丙烯酰胺样品液相色谱图 .....	6

## 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××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 聚季铵盐中丙烯酰胺残留的测定

## 高效液相色谱法

### 1 范围

本文件规定了聚季铵盐-7、聚季铵盐-33、聚季铵盐-39和聚季铵盐-53产品中丙烯酰胺残留含量的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于聚季铵盐-7、聚季铵盐-33、聚季铵盐-39和聚季铵盐-53产品中丙烯酰胺残留的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

采用适合的溶剂提取以丙烯酰胺合成的聚季铵盐中丙烯酰胺残留后，上清液经0.45 μm滤膜过滤，用高效液相色谱-紫外检测法测定，保留时间定性，外标峰面积法定量。

### 5 试剂和材料

#### 5.1 一般规定

本文件所使用的试剂和水，在没有注明其它条件时，均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682要求的一级水。

#### 5.2 试剂

5.2.1 甲醇：色谱纯；

5.2.2 异丙醇：色谱纯；

5.2.3 磷酸：分析纯；

5.2.4 pH计标准缓冲溶液。

#### 5.3 材料

5.3.1 混合溶剂1：量取400 mL甲醇和600 mL异丙醇于1000 mL烧杯中，混匀；

5.3.2 混合溶剂2：量取400 mL水和600 mL混合溶剂1于1000 mL烧杯中，混匀；

5.3.3 标准储备液：称取0.1 g（精确至0.0001 g）丙烯酰胺，加混合溶剂2 5 mL，溶解，移至100 mL容量瓶中，加入混合溶剂2定容至100 mL混匀备用；

5.3.4 标准溶液：移取标准储备液1 mL至100 mL容量瓶中，加混合溶剂2定容混匀，备用；

5.3.5 饱和氯化钠水溶液：称取（36.0~37.5）g的氯化钠，加入100 mL的水中，混匀；

5.3.6 磷酸氢二钾溶液（0.005 mol/L）：称取1.14 g的磷酸氢二钾，加入1000 mL水，溶解，用磷酸调节溶液pH为2.1~2.5之间，经0.45 μm滤膜过滤，备用。

### 6 仪器和设备

- 6.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。
- 6.2 电子天平：感量为 0.0001g。
- 6.3 pH 计。
- 6.4 超声波清洗器。
- 6.5 高速离心机（2000rpm/min）。
- 6.6 磁力搅拌器（1000rpm/min）。
- 6.7 容量瓶：25mL、100 mL。
- 6.8 烧杯：25mL、1000mL。
- 6.9 微孔过滤膜：0.45 $\mu$ m，水系。
- 6.10 离心管：10mL。

## 7 样品

### 7.1 试样制备

准确称取聚季铵盐样品（称样量见表1）于25mL烧杯中，加入10mL饱和氯化钠溶液溶解样品，移至25mL容量瓶中，加入混合溶剂1定容，混匀。置于磁力搅拌器搅拌60min，静置后移取上层清液至10mL离心管，离心10min（转速2000rpm/min），静置，取上清液过0.45 $\mu$ m微孔滤膜过滤，待进样检测。

表 1 样品的称样量

名称	称样量
聚季铵盐-7	(2.5 $\pm$ 0.1)g
聚季铵盐-33	(0.5 $\pm$ 0.1)g
聚季铵盐-39	(2.5 $\pm$ 0.1)g
聚季铵盐-53	(2.5 $\pm$ 0.1)g

### 7.2 标准工作液的制备

准确量取标准溶液适量，置于100mL容量瓶中，用混合溶剂2稀释成0.02mg/L、0.05mg/L、0.1mg/L、0.2mg/L、0.5mg/L、1mg/L的标准工作液，混匀，备用（临用现配）。

## 8 高效液相色谱测定

### 8.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C<sub>18</sub>柱，柱长 150mm，柱内径 4.6mm，粒径 0.3 $\mu$ m 或等同分离能力的色谱柱；
- b) 流动相 A：0.005mol/L 磷酸氢二钾（pH 2.1~2.5）；
- c) 流动相 B：甲醇；
- d) 柱温：30℃；
- e) 流速：0.5mL/min；
- f) 进样量：20 $\mu$ L；
- g) 检测波长：210nm；
- h) 梯度洗脱程序见表 2。

表2 梯度洗脱程度

时间, min	流动相 A%	流动相 B%
0.00	100	0
8.00	100	0
8.01	98	2
15.00	20	80
20.00	20	80
25.00	100	0

## 8.2 标准工作曲线绘制

在设定的色谱条件下,分别取标准工作液20 $\mu$ L进行分析。以标准系列溶液的质量浓度横坐标(mg/L)、对照品峰面积为纵坐标绘制标准曲线(线性相关系数 $R \geq 0.995$ )。丙烯酰胺标准样品液相色谱图参见附录A中的图A.1。

## 8.3 测定步骤

样品试样按照8.1的仪器条件进行进样,样品待测液中丙烯酰胺的响应值在标准曲线的线性范围内。注:响应值若超过标准工作液的线性应稀释后再进行测定。

## 8.4 平行试验

试验结果以平行测定结果的算数平均值为准,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平均值的10%。

## 9 结果计算

样品中丙烯酰胺的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{c_i \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中丙烯酰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c_i$ ——丙烯酰胺浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——样品最终体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——样品量,单位为克(g)。

计算结果保留两位小数。

## 10 检出限、定量限和精密度

### 10.1 检出限

本测定方法检出限聚季铵盐-7、聚季铵盐-39、聚季铵盐-53为0.1mg/kg;聚季铵盐33为0.5mg/kg。

### 10.2 定量限

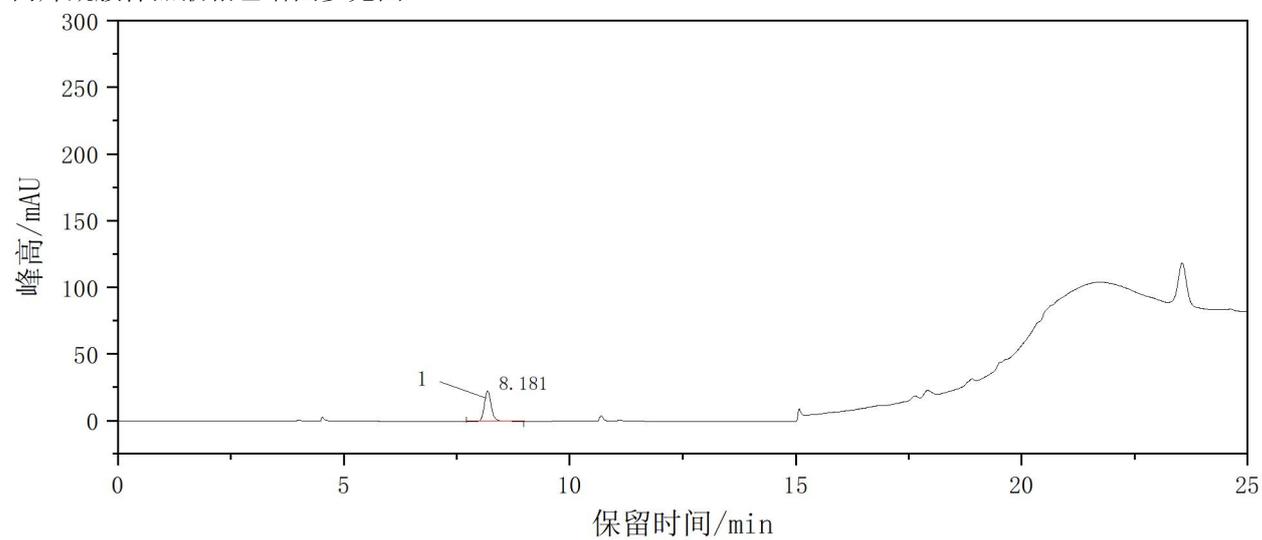
本测定方法检出限聚季铵盐-7、聚季铵盐-39、聚季铵盐-53为0.3mg/kg;聚季铵盐33为1.5mg/kg。

### 10.3 精密度

按本测定方法所确定的实验条件,在添加质量分数为0.5mg/kg-40mg/kg的范围内,回收率在89.1%~108.0%之间,相对标准偏差小于10%。

附录 A  
(资料性)  
丙烯酰胺样品液相色谱图

丙烯酰胺样品液相色谱图参见图A.1



说明：1-丙烯酰胺

图 A.1 丙烯酰胺样品高效液相色谱图