

中华人民共和国国家标准

GB/T 24769—2009

工业用丙烯酰胺

Acrylamide for industrial use

2009-12-15 发布

2010-07-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准由江西昌九农科化工有限公司负责起草。

本标准主要起草人：黎常宏、赵开珍、陈雪梅。

工业用丙烯酰胺

1 范围

本标准规定了工业用丙烯酰胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全等。

本标准适用于以丙烯腈为原料制得的工业用丙烯酰胺的生产、检验和销售。

化学名称:3-酰胺丙烯

分子式: C_3H_5ON

结构式: $CH_2=CH-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}-NH_2$

相对分子质量:71.08(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法(ISO 6685:1982,IDT)

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 3723 工业用化学品采样安全通则(GB/T 3723—1999,idt ISO 3165:1976)

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(ISO 760:1978,NEQ)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 7717.11—2008 工业用丙烯腈 第 11 部分:铁、铜含量的测定 分光光度法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 外观

白色结晶体。

4 要求

工业用丙烯酰胺应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
丙烯酰胺, $w/\%$	≥ 98.5	97.8
水, $w/\%$	≤ 0.4	0.8
色度(200 g/L 水溶液)/Hazen 单位(铂-钴色号)	10	20
阻聚剂, $w/\%$	0.000 3~0.000 7	0.000 3~0.001
电导率(400 g/L 水溶液)/($\mu\text{S}/\text{cm}$)	10	30
铁, $w/\%$	0.000 1	0.000 1
铜, $w/\%$	0.000 1	0.000 2

试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

5.3 丙烯酰胺含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经气化通过毛细管色谱柱,使其中各组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,用内标法定量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 丙烯酰胺(标准样品):质量分数不低于 98.5%。

5.3.2.2 乙酰胺(内标物):质量分数不低于 98.0%。

5.3.2.3 氢气:体积分数不低于 99.9%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.4 氮气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.5 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722—2006 中的有关规定。

5.3.3.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器:0.5 μL 或 1 μL 。

5.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 1。典型的毛细管柱色谱图见附录 A 图 A.1,相对保留值见附录 A 表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	固定相为(50%氰丙基)甲基聚硅氧烷的熔融石英毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度固定相	15 m×0.53 mm×3.0 μm
载气(N ₂)流量/(mL/min)	5.0
氢气(H ₂)流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
汽化室温度/℃	240
检测室温度/℃	240
柱温温度/℃	215
进样量/μL	0.1

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 内标溶液的制备

称取乙酰胺 10 g, 精确至 0.000 2 g, 置于 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度,

5.3.5.2 标样溶液的制备

取相当于纯品 0.1 g 的丙烯酰胺标准样品, 精确至 0.000 2 g, 置于小瓶中, 加入 (1±0.02) mL 内标溶液, 摇匀。

5.3.5.3 试样溶液的制备

称取 0.1 g 实验室样品, 精确至 0.000 2 g, 置于小瓶中, 加入 (1±0.02) mL 内标溶液, 摇匀。

5.3.5.4 测定

启动气相色谱仪, 参照表 1 所列色谱操作条件调试仪器, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对响应的重复性, 待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5% 后, 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进行测定。

5.3.6 结果计算

丙烯酰胺的质量分数 w_1 , 数值以 % 表示, 按式(1)、式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A f_i m_s}{A_s m} \times 100 \quad (1)$$

$$f_i = \frac{A_s m_i}{A_i m_s} \quad (2)$$

式中:

A ——试样溶液中丙烯酰胺的峰面积;

f_i ——被测组分的相对质量校正因子;

m_s ——内标物的质量的数值, 单位为克(g);

A_s ——内标物的峰面积;

m ——试样的质量的数值, 单位为克(g);

A_s ——内标物的峰面积;

m_i ——相当于纯品的丙烯酰胺标准样品的质量的数值, 单位为克(g);

A_i ——标样溶液中丙烯酰胺的峰面积。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5.4 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 25%。

5.5 色度(200 g/L 水溶液)的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。测定时,称取 10 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加水溶解并稀释至 50 mL。

5.6 阻聚剂含量的测定

5.6.1 方法提要

阻聚剂(对羟基苯甲醚)与硝酸显色,在分光光度计最大吸收波长 400 nm 处测定其吸光度。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硝酸。

5.6.2.2 对羟基苯甲醚标准样品,质量分数 $\geq 98.5\%$ 。

5.6.3 仪器

可见分光光度计,带有光程为 3 cm 的比色皿。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 标样溶液的制备

称取相当于纯品 0.1 g 的对羟基苯甲醚标准样品,精确至 0.000 2 g,置于烧杯中,加适量水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。取此溶液(10 $\pm$ 0.05)mL 移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。即得 100 μ g/mL 对羟基苯甲醚标准溶液。

5.6.4.2 标准曲线的制定

向 100 mL 具塞三角瓶中分别移入 10.0 mL、7.5 mL、5.0 mL、2.5 mL、1.0 mL 标样溶液,并对应加入 30.0 mL、32.5 mL、35.0 mL、37.5 mL、39.0 mL 水,同时向另一 100 mL 具塞三角瓶中加入 40 mL 水做参比,100 mL 具塞三角瓶中各加入 20.0 mL 硝酸,塞紧瓶塞,摇匀 1 min 后,用 3 cm 比色皿,在波长 400 nm 处比色。以每个标准溶液净吸光度(扣除空白溶液的吸光度)和对羟基苯甲醚的质量浓度(mg/L)绘制标准曲线。

5.6.4.3 测定

称取 40.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加适量水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。取 40.0 mL 上述溶液移入 100 mL 具塞三角瓶中,塞紧瓶塞,摇匀 1 min 后,用 3 cm 比色皿,在波长 400 nm 处比色,测出试样的吸光度 A。

5.6.4.4 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料而使用相同数量的试剂做空白试验。

5.6.5 结果表示

由试样的吸光度减去空白试验的吸光度,得到试样试验的净吸光度。从标准曲线中查得对羟基苯甲醚的含量,以毫克每升(mg/L)表示,乘以试样的稀释倍数,得到试样中对羟基苯甲醚的含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20 %。

5.7 电导率(400 g/L 水溶液)的测定

5.7.1 仪器

5.7.1.1 电导率仪:(0~2) μ S/cm,分辨率为 0.001 μ S/cm;(2~20) μ S/cm,分辨率为 0.01 μ S/cm;(20~200) μ S/cm,分辨率为 0.1 μ S/cm。

5.7.1.2 恒温水浴。

5.7.2 测定分析步骤

称取 20 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加适量水溶解,移入 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。移入 100 mL 烧杯中,置于恒温水浴中,恒温至 25 $^{\circ}$ C,用电导率仪测定电导率。

5.8 铁含量的测定

按 GB/T 3049—2006 的规定进行。测定时称取约 5 g 实验室样品。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5 %。

5.9 铜含量的测定

称取约 5.0 g 实验样品，置于 250 mL 烧杯中，用玻璃表面皿盖置于加热板上，加热。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 30%。

6 检验规则

6.1 检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验项目为表 1 中的丙烯酰胺含量、水分含量、阻聚剂含量、电导率，应逐批进行检验。

6.1.2 型式检验项目为表 1 中的全部项目，在正常生产情况下，每月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- e) 合同规定。

6.2 以连续生产的产品为一批，每批产品不超过 5 000 kg。

6.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行。所采样品总量不得少于 250 g。将样品分装于两个清洁、干燥的磨口瓶中，贴好标签，注明产品名称、批号、采取日期。一瓶供检验用，一瓶留样，保存三个月备查。

6.4 工业用丙烯酰胺由生产厂的质量检验部门进行检验。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量书，其内容包括：生产日期、生产厂名称、产品名称、各项指标的检验数据，产品等级、批号。

6.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如有任何一项指标不符合本标准的要求时，则应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

7 包装、标志、运输和贮存

7.1 标志

产品包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、生产厂名、厂址、产品规格、净含量、批号或生产日期、商标及本标准编号，并符合 GB 190 中规定的“有毒品”标志。

7.2 包装

产品内包装用聚乙烯塑料袋，外包装为三合一复合袋（布/膜/纸），每袋净含量 25 kg。可在满足包装安全的条件下根据用户的要求包装。

7.3 运输和贮存

产品应贮存在干燥、阴凉、通风处，不得靠近热源和受阳光直接照射，不能与其他化学物品混放。产品贮运时温度控制在 35℃ 以下，严禁暴晒或与有热源的物体接触。

7.4 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存的条件下，自生产之日起，本产品保质期至少为 6 个月。

8 安全

8.1 安全特性

丙烯酰胺属于中等有毒化学物质。在遇高热、明火或与氧化剂接触有引起燃烧的危险，若遇高热，可能发生聚合反应。该物质刺激眼睛、皮肤和呼吸道。该物质可能对神经系统有影响，导致末梢神经

损害。

8.2 安全措施

应避免丙烯酰胺与皮肤接触,如果接触,应脱去污染的衣服,用肥皂水及流动清水彻底冲洗皮肤或淋浴;如果溅到眼睛里,应立即提起眼睑,用流动清水冲洗。如食入,应大量饮水,催吐,立即就医;生产过程密闭操作,局部排分。如果泄漏,污染区周围设警告标志,不要直接接触泄漏物,收集于干燥洁净有盖的容器中,进行控制焚烧。如大量泄漏,收集回收或无害化处理。工作场所人员均应戴防毒面具、安全防护眼镜,穿相应工作服,戴防护手套。

丙烯酰胺含量测定的典型色谱图及相对保留值

A.1 典型色谱图

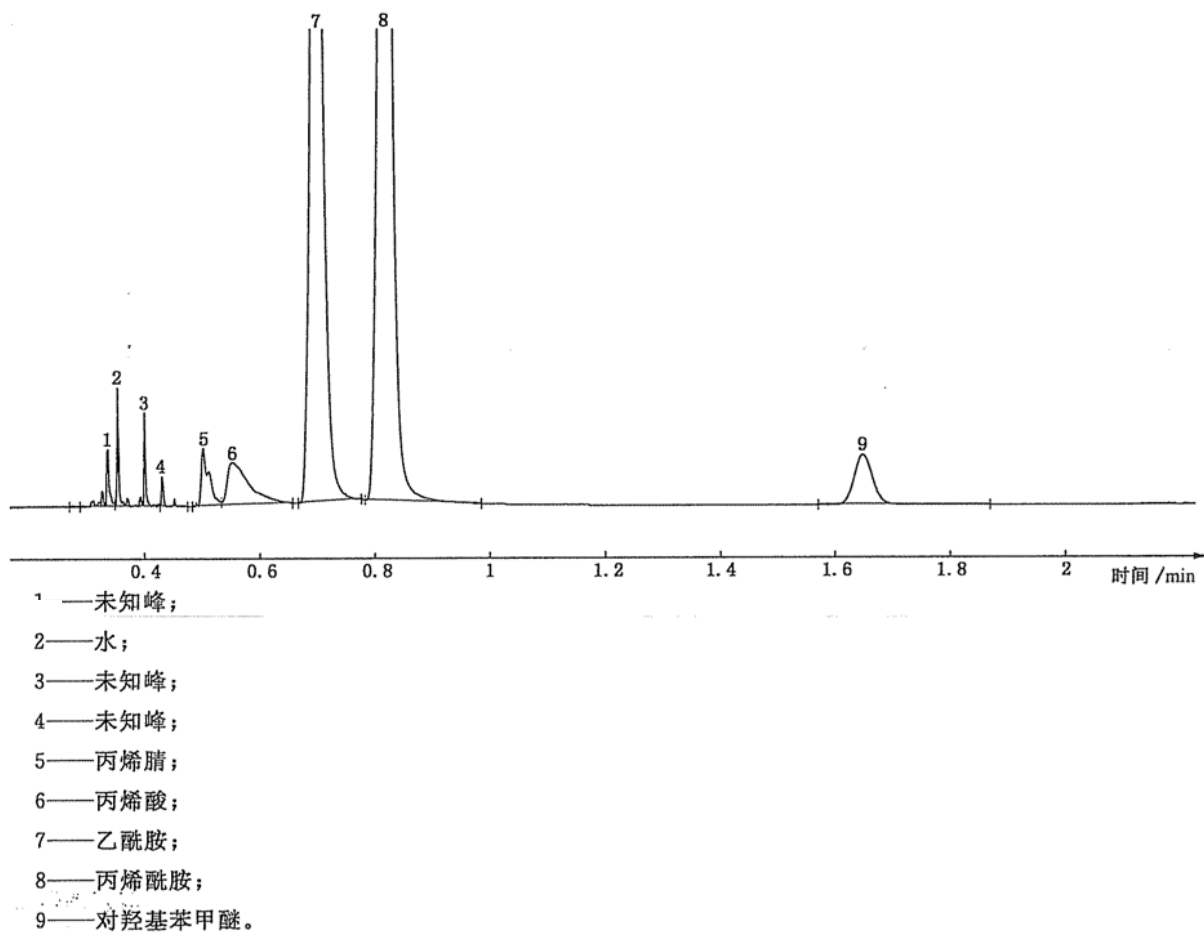


图 A.1 典型色谱图

A.2 相对保留值

丙烯酰胺含量测定各组分的保留值见表 A.1。

表 A.1 丙烯酰胺含量测定各组分的相对保留值

峰号	峰名	相对保留值
1	未知峰	0.476
2	水	0.508
3	未知峰	0.569
4	未知峰	0.607
5	丙烯腈	0.718

表 A.1 (续)

峰号	峰名	相对保留值
6	丙烯酸	0.801
7	乙酰胺	1.000
8	丙烯酰胺	1.177
9	对羟基苯甲醛	2.322



GB/T 24769-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-39944

定价: 16.00 元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 用 丙 烯 酰 胺
GB/T 24769—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 16 千字
2010年2月第一版 2010年2月第一次印刷

*

书号:155066·1-39944 定价 16.00 元

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)68533533