

聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量  
测定方法 溴化法

GB 12005.3—89

Determination for residual acrylamide of  
polyacrylamide—Bromating method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用水溶液法和甲醇-水提取法制备试样溶液,以溴加成测定聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺的含量。

本标准适用于不同聚合法制得的粉状和胶状的非离子型和阴离子型聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量的测定。残留丙烯酰胺含量高于0.5%的聚丙烯酰胺适于采用水溶液法制备试样进行测定,残留丙烯酰胺含量高于0.05%的聚丙烯酰胺适于采用提取法制备试样进行测定。

2 引用标准

- GB 601 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 12005.2 聚丙烯酰胺固含量测定方法

3 方法原理

在试样溶液中加入过量的溴酸钾-溴化钾溶液,在酸性介质中溴酸钾和溴化钾反应生成的溴与试样中丙烯酰胺的双键加成。反应完成后,加入过量的碘化钾还原未反应的溴而生成碘,用硫代硫酸钠标准溶液回滴析出的碘。

4 试剂

本方法所用试剂及水,均为分析纯试剂及蒸馏水或同等纯度的水。

- 4.1 盐酸。
- 4.2 甲醇-水提取液:体积比为8:2。
- 4.3 溴酸钾-溴化钾溶液:  $c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3) = 0.1\text{ mol/L}$ 。按GB 601配制。
- 4.4 碘化钾溶液:20%。
- 4.5 盐酸水溶液:体积比为1:1。
- 4.6 淀粉指示剂:按GB 601配制。
- 4.7 硫代硫酸钠标准溶液:  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05\text{ mol/L}$ 。按GB 601配制。

5 仪器

- 5.1 碘量瓶:容积250 mL。
- 5.2 锥形瓶:容积250 mL。
- 5.3 量筒:容积10, 50, 100, 500 mL。
- 5.4 移液管:容积10, 20, 50 mL。

- 5.5 容量瓶：容积1 000 mL。  
 5.6 棕色细口瓶：容积1 000 mL。  
 5.7 滴定管：25 mL。  
 5.8 分析天平：感量0.000 1g。  
 5.9 托盘天平：感量0.1g。  
 5.10 康氏振荡器。

## 6 试样溶液制备

### 6.1 水溶液法

称取0.3~0.5g粉状试样或相当于0.5g固含量的胶状试样，精确至±0.000 1g，置于250 mL碘量瓶中，加入100 mL蒸馏水，振荡至试样完全溶解。

### 6.2 提取法

称取14~16g粉状试样，精确至±0.000 1g，置于250 mL锥形瓶中，用移液管加入150 mL提取液，用胶塞盖紧瓶口，在高于15℃的室温下放置20h后，在康氏振荡器上振荡4 h。用移液管准确吸取上层清液10~40 mL〔根据残留丙烯酰胺的大致含量确定吸取量，使式(1)中试样和空白试验所耗硫代硫酸钠标准溶液的体积之差约为2~4 mL〕，放入250 mL碘量瓶中，加入蒸馏水使总体积为100 mL。

## 7 实验步骤

在6.1或6.2条的试样溶液中，用移液管在碘量瓶中准确加入20 mL溴酸钾-溴化钾溶液，10 mL盐酸水溶液，立即盖紧塞子，水封、摇匀，置于暗处30 min后迅速加入10 mL碘化钾溶液，立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定。滴定至浅黄色时，加入1~2 mL淀粉指示剂，继续滴定至蓝紫色消失时即为终点。记录滴定所耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数。

同时做空白试验。

注：① 在滴定过程中应避免阳光照射，滴定速度要适当快些，不要剧烈摇动。

② 在滴定6.2条试样溶液时，若室温高于20℃，应将碘量瓶置于冷水中滴定。

## 8 结果计算

聚丙烯酰胺中的残留丙烯酰胺含量按式(1)计算：

$$AM = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.03554}{m \cdot s} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：AM——丙烯酰胺含量，%；

$V_1$ ——空白试验所耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

$V_2$ ——试样所耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

$c$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mol/L；

0.03554——与1.00 mL硫代硫酸钠标准溶液〔 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$ 〕相当的以克表示的丙烯酰胺的质量；

$m$ ——试样质量，g；

$s$ ——试样固含量，%。

当用提取法制备试样溶液时，试样质量按式(2)计算：

$$m = \frac{m_0 \cdot V}{V_0} \quad \text{..... (2)}$$

式中： $m_0$ ——6.2条称取的试样质量，g；

$V_0$ ——加入的提取液总体积，mL；

$V$ ——吸取的提取液的体积, mL。

做三个平行试验, 以其算术平均值, 取两位有效数字报告结果。

水溶液法制样时单个测定值与平均值的最大偏差不大于 $\pm 5\%$ , 提取法制样时单个测定值与平均值的最大偏差不大于 $\pm 10\%$ 。如超过最大偏差, 应重新测定。

## 9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 注明按照本国家标准;
- b. 试样的名称、型号、生产厂家、生产日期等;
- c. 单个试样的测定值及算术平均值;
- d. 试验人员及日期。

---

### 附加说明:

本标准由全国塑料标准化技术委员会提出, 由全国塑料标准化委员会物理力学分技术委员会归口。

本标准由黑龙江大学负责起草。

本标准主要起草人陈九顺、白续铎。