

T/ACCEM

团 体 标 准

T/ACCEM XXXX-XXXX

HS-GC 外标法测定丙烯酸聚合物中 残留丙烯酸检验技术规范

Test specification for residual acrylic acid in acrylic polymers by
HS-GC external standard method

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国商业企业管理协会

发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	1
6 测试条件	1
7 测试前准备	2
8 测试步骤	3
9 结果处理	3
10 测试安全	4
11 试验报告	4

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。

本文件由淄博鲁瑞精细化工有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：淄博鲁瑞精细化工有限公司、.....。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX.....。

HS-GC 外标法测定丙烯酸聚合物中残留丙烯酸检验技术规范

1 范围

本文件规定了HS-GC外标法测定丙烯酸聚合物中残留丙烯酸检验技术规范的试剂和材料、仪器设备、测试条件、测试前准备、测试步骤、结果处理、测试安全、试验报告。

本文件适用于使用HS-GC外标法进行丙烯酸聚合物中残留丙烯酸的测定。

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 31016 样品采集与处理移动实验室通用技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试剂和材料

测试所需试剂和材料有:

- a) 丙烯酸:分析纯;
- b) 符合要求的纯净水。

5 仪器设备

所用主要仪器设备有:

- c) 气相色谱仪:带有顶空进样器(HS)、氢火焰离子化检测器(FID)和相应的色谱工作站;
- d) 分析天平:精确至 0.1 mg 或者 0.01 mg;
- e) 旋涡仪;
- f) 顶空进样器专用瓶及专用封口工具;
- g) 移液管: 1mL, 5mL, 10mL;
- h) 容量瓶: 100 mL;
- i) 烧杯。

6 测试条件

6.1 测试环境

试验操作环境应不低于生产环境的洁净级别,检测现场保证充足照明条件。

6.2 测试器具

测试器具及其它所需的用品均应洁净。

6.3 测试人员

充分理解本文件规定的检测方法。具备有一定的检验检测专业知识。

6.4 测试文件

测试具备以下文件要求：

- a) 检测测试记录文件；
- b) 检测分析文件；
- c) 其他技术资料等。

7 测试前准备

7.1.1 样品采集与保存

样品采集应符合GB/T 31016的规定，样品采集后应放置于阴凉、通风处。

7.1.2 仪器校准与调试

气相色谱参数设定应符合表1和表2的要求。

表 1 顶空进样器参数

项目	参数
平衡时间	30 min
平衡温度	80℃
GC循环时间	27 min

表 2 气相色谱主机参数

项目		参数
色谱柱column		HP-FFAP
柱参数 column parameter		30 m *320 μ m *0.25 μ m
载气 carrier gas		氮气 nitrogen
检测器detector		FID氢火焰检测器
柱温箱条件	初始温度	100℃
	保持时间1	2 min
	升温速率1	20℃/min
	温度1	190℃
	保持时间2	12 min
检测器温度		300℃
进样口温度		250℃
载气线速度		1 mL/min
进样方式		顶空进样

8 测试步骤

8.1 丙烯酸标准溶液配制

8.1.1 准确称取 50.0 mg 丙烯酸标准品于烧杯中，用纯净水稀释，转移至 100 mL 容量瓶中，蒸馏水定容至刻度，摇匀，配成 500 mg/L 的贮备液。

8.1.2 分别精确移取 2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 贮备液于 100 mL 容量瓶中，纯净水定容至刻度，摇匀。

8.1.3 得到标准溶液 I、II、III、IV、V，其丙烯酸浓度分别为 10.0 mg/L、20.0 mg/L、25.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L。

8.2 标准曲线绘制

8.2.1 准确吸取丙烯酸标准溶液和待测溶液各 10 mL 于顶空进样器专用瓶中，用专用工具封口，放入准备就绪的顶空进样器中，开始进行谱图采集，采集结束后进入数据分析界面，绘制标准曲线。

8.2.2 标准曲线线性相关系数 $R^2 \geq 99.9\%$ 。

8.2.3 每批实验均应制作标准曲线，若一批样品量过大，每 20 次样品测定后应加入一个中等浓度标准溶液，若测定的数据与原值相差超过 3% 则应重新制作标准曲线。

8.3 待测样品准备

精确称取一定量样品于烧杯中，用纯净水稀释，转移到 100 mL 容量瓶中，纯净水定容，确保测定时丙烯酸浓度在 (10~100) mg/L 之间，摇匀，备用。

8.4 样品测试

准确吸取待测样品溶液 10 mL 于顶空进样器专用瓶中，用专用工具封口，与本文件 8.2 标准曲线同样的方法采集待测样品谱图，采集结束后进入数据分析界面，计算数据结果。

9 结果处理

9.1 试样经过顶空进样器加热平衡后，用氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

9.2 在所述仪器条件下，试样待测液和标准品的色谱峰在相同保留时间处 (± 0.1 min) 出现，此时可定性确证目标分析物。

9.3 定量计算按式 (1) 进行。

$$X = N * C * V / M \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X——试样中丙烯酸单体含量，mg/kg；

N——样品稀释倍数；

C——从标准工作曲线上读取的样品中各单体浓度，mg/L；

V——试样溶液的体积，mL；

M——试样的质量，g。

9.4 测定结果用平行测定的算术平均值表示，测定三次求平均值，结果保留三位有效数字。

10 测试安全

- 10.1 操作人员应佩戴适当的防护装备。
- 10.2 在实验前，应仔细检查所有仪器设备，确保其正常工作。
- 10.3 实验场所应通风良好，远离火源和易燃物品。
- 10.4 应严格按照操作手册进行实验。

11 试验报告

试验报告应具备以下内容：

- a) 测试样品信息：包括样品名称、来源、采集时间和采集方法等。
 - b) 检验方法：采用本文件规定的 HS - GC 外标法测定丙烯酸聚合物中残留丙烯酸。
 - c) 检验结果：包括定性确证结果和定量计算结果，结果应按照本文件规定的方式表述。
 - d) 其他相关信息：如测试日期、测试人员、仪器设备名称、型号等；
-