

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.125—2003
代替 GB/T 14966—1994

尼龙 6 树脂及成型品中己内酰胺 的测定

Determination of 6-caprolactam in nylon 6
resin and its products

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 14966—1994《尼龙 6 树脂及成型品中己内酰胺卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 14966—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《尼龙 6 树脂及成型品中己内酰胺的测定》；
- 按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：武汉市卫生防疫站、湖北省卫生防疫站、杭州市卫生防疫站。

本标准主要起草人：毛晓美、朱其明、陈明、陈筱君。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

尼龙 6 树脂及成型品中己内酰胺的测定

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定己内酰胺的方法。

本标准适用于以己内酰胺为原料聚合的尼龙 6 树脂及成型品中己内酰胺的测定。

本方法检出限为 2 ng,以进样 10 μL 计,最低检出浓度为 0.2 mg/L。

2 原理

尼龙 6 树脂或成型品经沸水浴浸泡提取后,试样中己内酰胺溶解在浸泡液中,直接用高效液相色谱分离测定,以保留时间定性、峰高或峰面积定量。

3 试剂

3.1 己内酰胺标准贮备液:准确称取 1.000 g(称量时注意防止吸水)己内酰胺,用水溶解后稀释定容至 1 000 mL,此溶液每毫升含 1.0 mg 己内酰胺。在冰箱内可保存 6 个月。

3.2 乙腈:色谱纯。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪。

4.2 色谱分析条件:

- a) 色谱柱: $\phi 4.6\text{ mm}\times 150\text{ mm}\times 10\ \mu\text{m}$, C_{18} 反相柱;
- b) 检测器:UV 检测波长:210 nm;
- c) 灵敏度:0.5 AUFS;
- d) 流动相:乙腈+水(11+89);
- e) 流速:1.0 mL/min 或 2.0 mL/min;
- f) 进样体积:10 μL 。

5 分析步骤

5.1 己内酰胺标准曲线的绘制:取每毫升含 1.0 mg 己内酰胺标准贮备液,用蒸馏水稀释成 1.0,5.0,10.0,50.0,100.0,200.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 10 μL 注入色谱仪,以进样微克(μg)数为横坐标,以色谱峰面积或峰高为纵坐标绘制标准曲线。

5.2 测定

5.2.1 树脂:

称取 5.0 g 树脂试样,按每克试样加 20 mL 蒸馏水计,加入 100 mL 蒸馏水于沸水浴中浸泡 1 h 后,放冷至室温,然后过滤于 100 mL 容量瓶中定容至刻度,浸泡液经 HA0.45 μm 滤膜过滤,按标准曲线色谱条件进行分析,根据峰高或峰面积,从标准曲线上查出对应含量。标准及试样色谱图见图 1。

5.2.2 成型品:

丝状等成型品试样处理同树脂。

其他成型品按每平方米加 2 mL 蒸馏水计,试样处理同树脂。