

生活饮用水中丙烯酸的含量测定 高效液相色谱法

参考----GB/T 5750 (报批稿)

一、摘要

本文使用 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定生活饮用水中丙烯酸的含量。色谱条件: C_{18} 色谱柱 ($4.6 \times 250\text{mm}$, $5\mu\text{m}$), 流速为 1.0mL/min , 柱温为 30°C , 进样量为 $100\mu\text{L}$, 检测器为紫外-可见光检测器, 检测波长为 205nm 。实验结果: 丙烯酸的理论塔板数为 23342, 拖尾因子为 1.10; 重复性测试中, 将丙烯酸标准溶液连续进样 7 针, 保留时间的 RSD 为 0.113%, 峰面积的 RSD 为 0.242%; 灵敏度测试中, 丙烯酸的仪器检出限为 1.645ng/mL , 仪器定量限为 5.482ng/mL ; 丙烯酸在测定浓度范围内具有良好的线性关系, 确定系数 R^2 为 0.9996。因此, Wooking K2025 高效液相色谱仪满足《GB/T 5750.8-XXXX 生活饮用水标准检验方法 第 8 部分: 有机物指标-丙烯酸的测定 高效液相色谱法 (报批稿)》中丙烯酸含量测定的需求。

二、背景

丙烯酸是一种有机化合物, 化学式为 $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2$, 为无色液体, 有刺激性气味, 与水混溶, 可混溶于乙醇、乙醚; 化学性质活泼, 在空气中易聚合, 加氢可还原成丙酸, 与氯化氢加成生成 2-氯丙酸, 主要用于制备丙烯酸树脂。

人类吸入、接触和吞食丙烯酸都是有害的; 丙烯酸可引起严重灼伤; 对水生生物有极高毒性。

三、实验过程

1 范围

适用于生活饮用水中丙烯酸的含量测定。

2 原理

生活饮用水中的丙烯酸经十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱分离，紫外检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

3 试剂与材料

3.1 水：符合 GB/T6682 的一级水；

3.2 乙腈：色谱纯；

3.3 磷酸：色谱纯；

3.4 0.2%磷酸溶液：准确移取 2.0mL 磷酸（3.3）至 1000mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度，混匀备用；

3.5 丙烯酸标准溶液：丙酮中的丙烯酸，CAS 号 79-10-7，浓度为 1000 μ g/mL；

3.6 丙烯酸标准中间液：准确吸取丙烯酸标准溶液（3.5）0.5mL，置于有少量水的 50mL 棕色容量瓶中，用纯水定容至刻度，摇匀，得到丙烯酸的浓度为 10 μ g/mL 的标准中间液，于 0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C 冷藏、避光和密封保存，可保存 1 个月；

3.7 丙烯酸系列标准工作液：依次吸取丙烯酸标准中间液（3.6）0.25mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL 和 4.00mL，分别置于有少量水的 50mL 棕色容量瓶中，用水定容

至刻度, 摇匀, 可得丙烯酸浓度依次为 50ng/mL、100ng/mL、200ng/mL、400ng/mL、600ng/mL 和 800ng/mL 的系列标准工作液;

3.8 0.22 μ m 混合纤维素酯滤膜。

4 仪器与设备

4.1 高效液相色谱仪: K2025 P2 二元高压输液泵、K2025 AS 自动进样器、K2025 CO 柱温箱、K2025 UVD 紫外-可见光检测器、Wookinglab 色谱工作站;

4.2 分析天平: 精确到 0.0001g;

4.3 涡旋振荡器;

4.4 具塞磨口玻璃瓶: 50mL, 洗涤干净, 并用纯水冲洗, 晾干备用;

4.5 容量瓶: 50mL、1000mL, 棕色带刻度。

5 测定步骤

5.1 水样的采集与处理

5.1.1 水样的采集与保存: 用具塞磨口玻璃瓶 (4.4) 采集水样, 置于 0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C 冷藏保存, 可保存 48 h;

5.1.2 水样的处理: 水样经 0.22 μ m 滤膜 (3.8) 过滤后直接进行测定。

5.2 色谱条件

a) 色谱柱: C₁₈ 色谱柱, 4.6 $\times$ 250mm, 5 μ m 或者相当的色谱柱;

b) 流动相: 乙腈为流动相 A, 0.2%磷酸溶液 (3.4) 为流动相 B;

按照下表进行洗脱:

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.0	10	90
10.0	10	90
10.1	60	40
17.0	60	40
17.1	10	90
22.0	10	90

c) 流速: 1.0mL/min;

d) 进样量: 100 μ L;

e) 柱温: 30 $^{\circ}$ C;

f) 检测器及波长: 紫外-可见光检测器, 检测波长为 205nm。

6 实验结果

6.1 重复性测试

按照上述色谱条件 (5.2) 进行采集, 丙烯酸标准溶液 (浓度为 400ng/mL) 的色谱图如图 1 所示, 积分结果如表 1 所示。

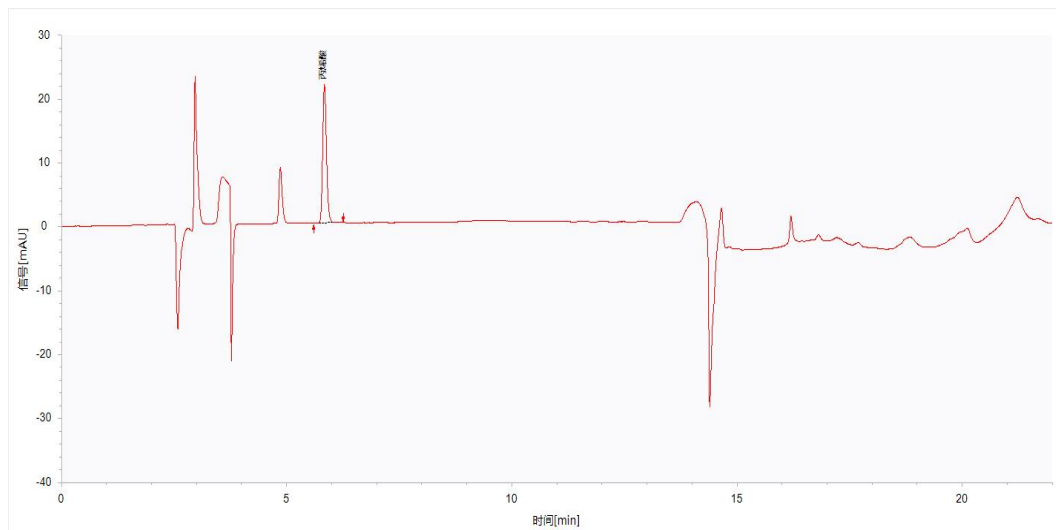


图 1 丙烯酸标准溶液的色谱图

表 1 丙烯酸标准溶液色谱图积分结果

目标物	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	峰高 (mAU)	理论塔板数	分离度	对称/拖尾因子
丙烯酸	5.850	128.680	21.669	23342	-	1.10

由表 1 中数据可知，丙烯酸的理论塔板数为 23342，拖尾因子为 1.10，具有良好的峰型。

将丙烯酸标准溶液连续进样 7 针，叠加的色谱图如图 2 所示，结果见表 2。

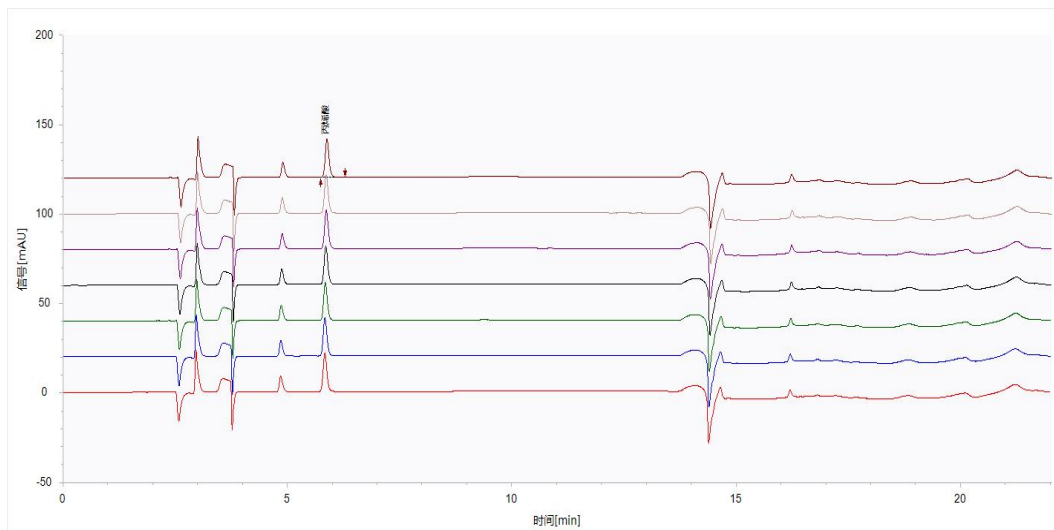


图 2 丙烯酸标准溶液连续进样 7 针叠加的色谱图

表 2 丙烯酸标准溶液连续进样 7 针重复性数据统计

目标物	1	2	3	4	5	6	7	平均值	RSD%
丙烯酸	保留时间	5.850	5.842	5.842	5.850	5.850	5.833	5.850	0.113
	峰面积	128.680	128.379	127.866	128.068	128.198	127.870	128.483	0.242

将标准溶液连续进样 7 针进行重复性测试，丙烯酸保留时间的 RSD 为 0.113%，峰面积的 RSD 为 0.242%，具有良好的定性定量重复性。

6.2 仪器灵敏度测试

灵敏度测试的谱图如图 3 所示，计算结果见表 3。

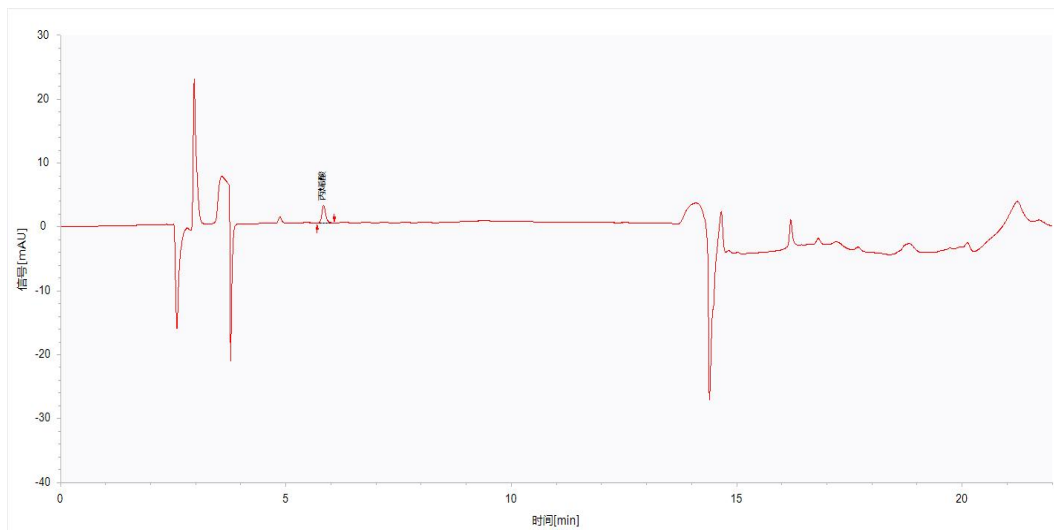


图 3 仪器灵敏度的色谱图

表 3 仪器灵敏度测试数据

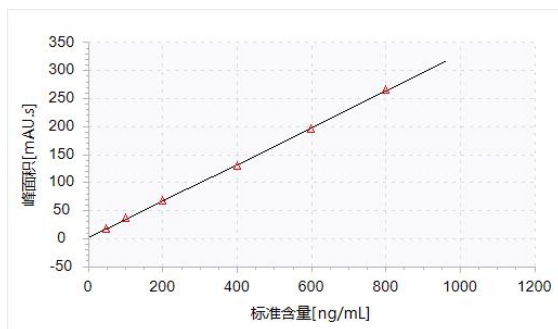
目标物	浓度	峰高	噪声	S/N	LOD	LOQ
	(ng/mL)	(mAU)	(mAU)		(ng/mL)	(ng/mL)
丙烯酸	50	2.736	0.030	91.20	1.645	5.482

通过计算，丙烯酸的仪器检出限为 1.645ng/mL，仪器定量限为 5.482ng/mL。

6.3 含量测定

6.3.1 校准曲线

按照色谱条件（5.2），将丙烯酸系列标准工作液（3.7）上机测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线，线性方程和确定系数如图 4 所示。



方程式	$Y=0.32715 \cdot X+0.24389$
相关系数(R)	0.9998
确定系数(R ²)	0.9996

图 4 丙烯酸校准曲线

由图 4 可知，丙烯酸在测定浓度范围内呈现良好的线性关系，确定系数 R^2 为 0.9996。

丙烯酸系列标准工作液叠加的色谱图如图 5 所示。

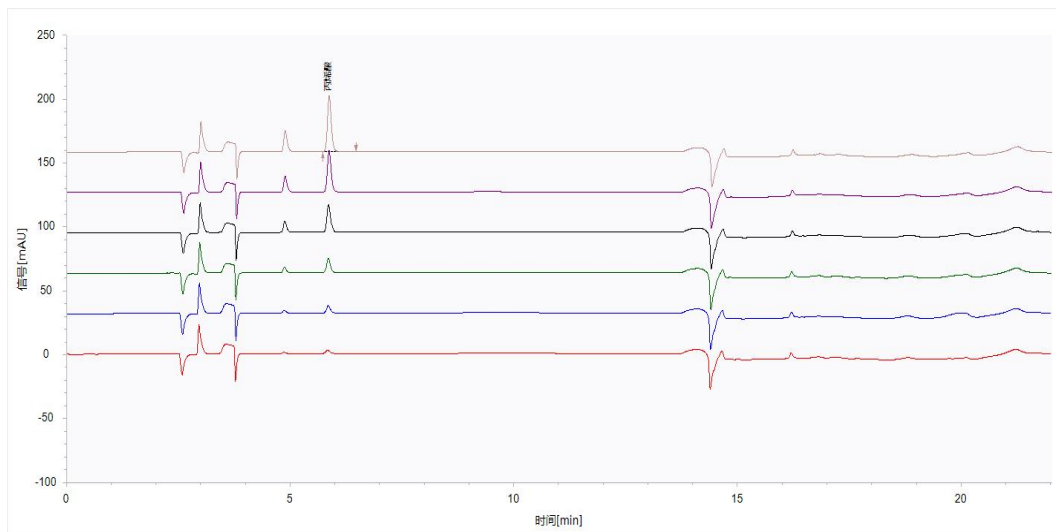


图 5 丙烯酸系列标准工作液叠加的色谱图

6.3.2 含量测定

以纯净水作为试样，按照流程（5.1.2）对其进行处理，并进行加标回收实验。

试样的色谱图和试样加标的色谱图如图 6~图 7 所示。

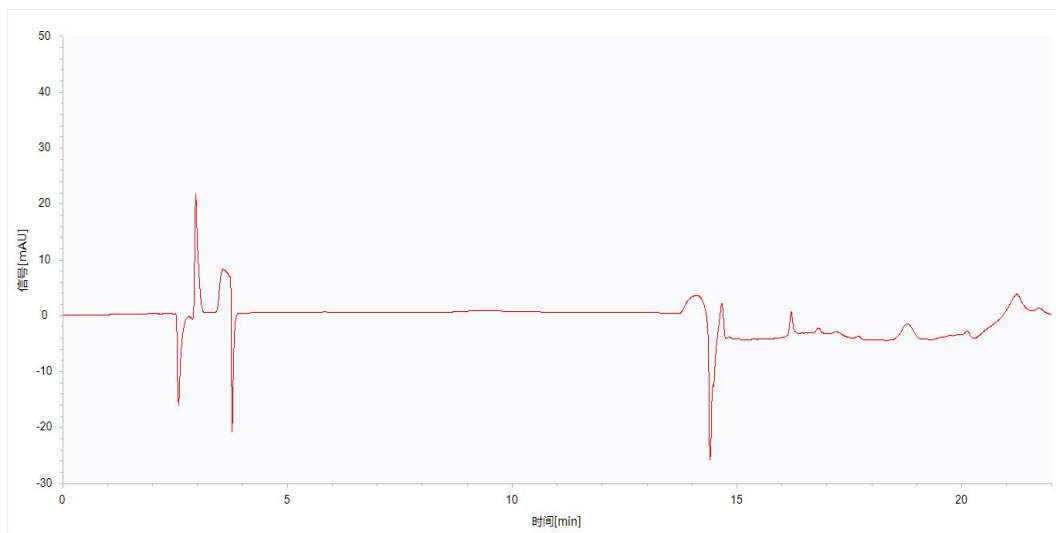


图 6 纯净水试样的色谱图

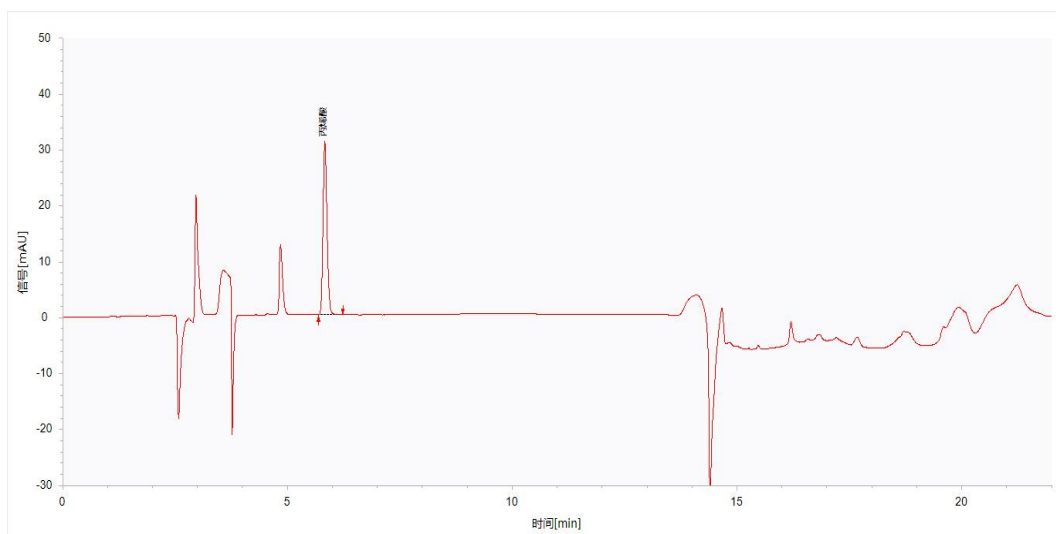


图 7 纯净水试样加标的色谱图

从丙烯酸校准曲线上直接查出纯净水试样中丙烯酸的质量浓度，该纯净水试样中未检出丙烯酸，其加标回收率为 95.0%。

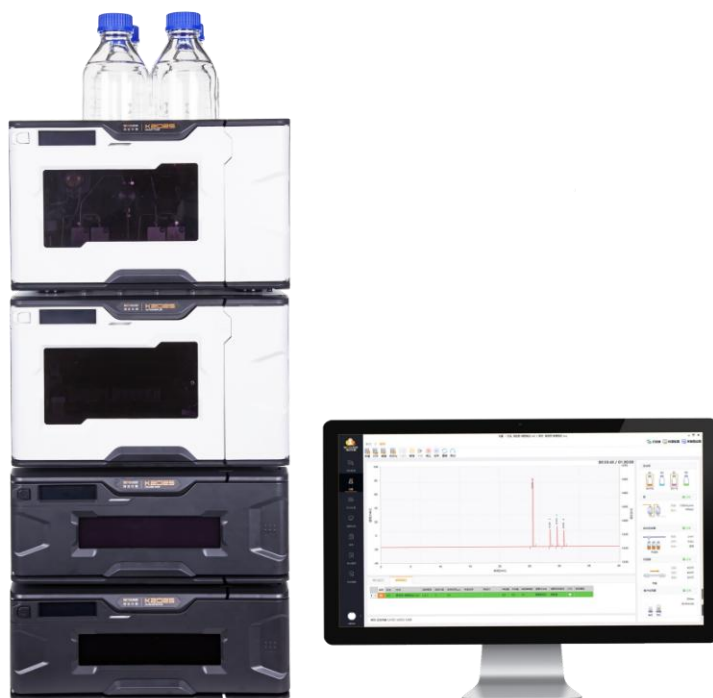
四、结论

通过对丙烯酸的峰型、重复性、灵敏度、线性的测试以及对纯净水试样中丙烯酸的含量进行测定, 实验结果: 丙烯酸的理论塔板数为 23342, 拖尾因子为 1.10, 具有良好的峰型; 重复性测试中, 将丙烯酸标准溶液连续进样 7 针, 保留时间的 RSD 为 0.113%, 峰面积的 RSD 为 0.242%, 具有良好的定性定量重复性; 灵敏度测试中, 丙烯酸的仪器检出限为 1.645ng/mL, 仪器定量限为 5.482ng/mL; 丙烯酸在测定浓度范围内具有良好的线性关系, 确定系数 R^2 为 0.9996; 对纯净水试样进行测定, 丙烯酸未检出, 其加标回收率为 95.0%。因此, Wooking K2025 高效液相色谱仪满足《GB/T 5750.8-XXXX 生活饮用水标准检验方法 第 8 部分: 有机物指标-丙烯酸的测定 高效液相色谱法 (报批稿)》中丙烯酸含量测定的需求。

附 1: 仪器配置清单

序号	单元
K2025 二元高压梯度系统	
A)	<u>Pump Unit 泵单元</u>
1	62MPa 二元高压输液泵（内置溶剂托盘）
2	流动相瓶（肖特瓶，1L）
3	脱气机
4	四通道溶剂切换阀
5	自动在线清洗系统
B)	<u>Sample Injector 进样器</u>
1	自动进样器
2	样品瓶（2mL，含瓶盖）
3	脱气组件
4	100μL 定量环
C)	<u>Column Oven 柱温箱</u>
1	色谱柱恒温箱（室温以下 10°C 至 85°C）
2	色谱柱：CP MGII C ₁₈ 4.6×250mm, 5μm
D)	<u>Detector 检测器</u>
1	紫外-可见光检测器
E)	<u>Workstation 工作站</u>
1	Wookinglab（中文版）

附 2：悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪（可靠、精准、友好、合规）



报告人: 张佳佳

联系方式: 18810812920