

高效液相色谱仪对固定污染源废气 醛、酮类化合物的测定



在美国加利福尼亚州，由于光化学烟雾的作用，曾使该州 3/4 的人发生红眼病。日本东京 1970 年发生光化学烟雾时期，有 2 万人患了红眼病。

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障人体健康，规范生态环境监测工作，生态环境部决定制定并施行《固定污染源废气 醛、酮类化合物的测定 溶液吸收-高效液相色谱法》国家环境保护标准。

本实验使用 wooking K2025 高效液相色谱仪对固定污染源废气中醛、酮类化合物使用溶液吸收-高效液相色谱法进行测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

Wooking K2025 高效液相色谱仪

2.2 试剂

甲醇、乙腈、水（色谱纯）等；

12 种醛、酮类-DNPH 衍生物标准贮备液（ $\rho=100 \mu\text{g/mL}$ ）和使用液（ $\rho=10.0 \mu\text{g/mL}$ ）（以醛、酮类化合物计）

3 实验方法

3.1 色谱参考条件

仪器: K2025 高效液相色谱仪（四元梯度输液泵，自动进样器，柱温箱，紫外-可见光检测器，Wookinglab 色谱工作站）

色谱柱：C18 柱，4.60 mm×250 mm×5.0 μm ，pH 范围：2~11，填料为十八烷基硅烷键合硅胶（ODS）的双封端反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱；

流动相：A：甲醇；B：乙腈；C：水

进样量：10 μL ；

检测波长：360nm；

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

表 1 流动相梯度表

时间/min	A%	B%	C%	流速 (mL/min)
0	45	20	35	1.0
6	70	0	30	1.0
24	80	0	20	1.0
33	45	35	20	1.0
33.1	45	20	35	1.0
42	45	20	35	1.0

3.2 标准曲线 (外标法)

取一定量醛、酮类-DNPH 衍生物标准使用液于乙腈中, 配制浓度 (以醛、酮类化合物计) 分别为 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 4.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液, 注入高效液相色谱仪进行测定, 以醛、酮类化合物浓度为横坐标, 对应化合物的峰面积为纵坐标建立标准曲线。

4 结果

4.1 谱图结果

图 1 为不同浓度的醛、酮类-DNPH 衍生物混合标准品色谱图的重叠图, 由图可知, 本方法中醛、酮类化合物得到了良好的分离和峰形。

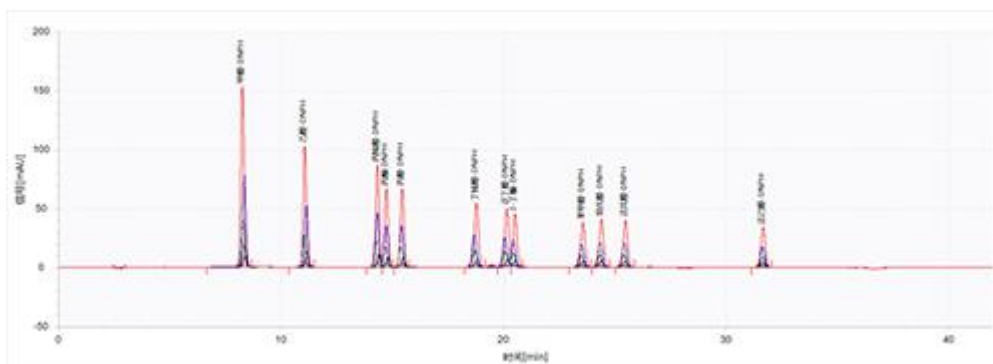


图 1 12 种醛、酮类-DNPH 衍生物标准品色谱图

4.2 方法的重复性

对浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准品进行 7 次平行测定, 将 7 张谱图重叠显示见图 2, 分别对保留时间和峰面积的相对标准偏差进行计算, 保留时间的 RSD 值为 0.131% - 0.456%, 峰面积的 RSD 值为 0.276% - 0.761%, 方法重复性良好。

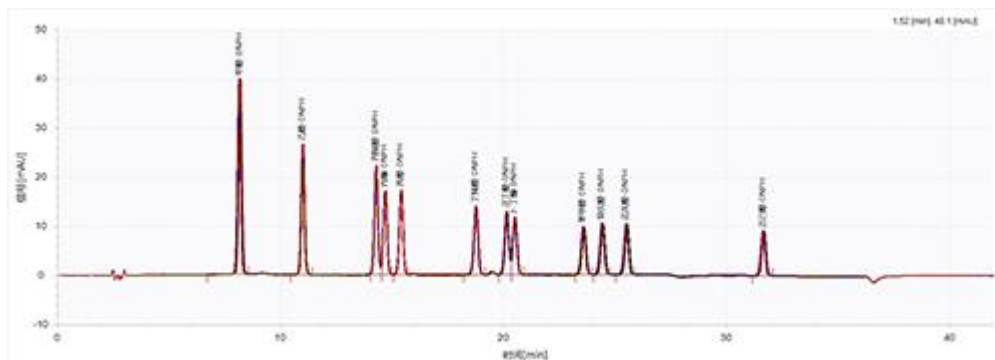


图 2 1μg/mL 醛、酮类-DNPH 衍生物标准品 7 次平行重叠色谱图

4.3 线性关系与灵敏度

将浓度为 0.10 μg/mL、0.20μg/mL、0.50μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL 和 4.00μg/mL

醛、酮类-DNPH 衍生物混合标准品系列在 HPLC 上进行测定并绘制校准曲线，线性方程、最低检出限（S/N=3，LOD 表示）及定量限（S/N=10，LOQ 表示）见下列表格，方法灵敏度高，线性相关系数 R^2 值在 0.9997 - 0.9999 之间，线性关系良好。

目标物	标准曲线	判定系数 (R^2)	LOD(ng/mL)	LOQ(ng/mL)
甲醛-DNPH	$Y=397.74221x+4.29053$	0.9998	1.034	3.447
乙醛-DNPH	$Y=258.55084x+6.64095$	0.9997	1.507	5.023
丙烯醛-DNPH	$Y=245.3067x+4.31644$	0.9998	1.796	5.988
丙酮-DNPH	$Y=191.88251x+3.3355$	0.9999	2.346	7.821
丙醛-DNPH	$Y=194.83778x+3.8447$	0.9999	2.344	7.813
丁烯醛 DNPH	$Y=177.95847x+4.85519$	0.9998	2.842	9.472
正丁醛-DNPH	$Y=162.61018x+3.3327$	0.9999	3.088	10.294
2-丁酮-DNPH	$Y=146.25334x+2.42081$	0.9999	3.368	11.227
苯甲醛-DNPH	$Y=130.04609x+3.27876$	0.9998	4.027	13.423
异戊醛-DNPH	$Y=139.24632x+2.35163$	0.9998	3.811	12.704
正戊醛 DNPH	$Y=137.84901x+3.55201$	0.9997	3.763	12.545
正己醛-DNPH	$Y=118.72965x+2.83961$	0.9997	4.595	15.317

5 结论

结果表明，使用 working K2025 高效液相色谱仪对固定污染源废气中醛、酮类化合物开展溶液吸收-高效液相色谱法测定，满足 HJ 1153-2020 标准的要求，此方法可为固定污染源废气中醛、酮类化合物的测定提供参考。

参考标准/文献

[1] HJ 1153-2020 固定污染源废气 醛、酮类化合物的测定 溶液吸收-高效液相色谱法