

生活饮用水中丙烯酸含量检测

1.1 参考方法:《GB/T 5750.8-2022 生活饮用水标准检验方法 第8部分:有机物指标》

Reference method: "GB/T 5750.8-2022 Standard Test Methods for Drinking Water Part 8: Organic Matter Indicators"

1.2 色谱条件

色谱柱 Column:

序号	名称	粒径 (μm)	规格	数量	柱号
1	Supersil ODS2	5	ID4.6 \times 250mm	1	E3218845

流量 Flow rate(mL/min): 1.0

检测波长 Wavelength(nm): UV205nm

进样体积 Injection Volume (μL): 100

柱温 Column Temperature ($^{\circ}\text{C}$): 35

压力 Pressure(MPa): 9.15

流动相组成 Mobile phase (V/V): A:0.2%磷酸溶液(pH=1.82); B: 乙腈

梯度洗脱程序 Gradient elution procedure:

时间/min	流速/(mL/min)	A/%	B/%
0.0	1.0	90	10
10.0	1.0	90	10
10.1	1.0	40	60
17.0	1.0	40	60
17.1	1.0	90	10
30.0	1.0	90	10

1.3 仪器配置

泵 Pump: P3220 高压恒流泵(1台)

检测器 Detector: D3210 紫外-可见检测器(1台)

进样器 Autosampler: S3210 自动进样器(1 台)

柱温箱 Column oven: O3220 柱温箱(1 台)

Kromstation 色谱数据工作站等

1.4 标准溶液配制

1、丙烯酸标准储备液(1000 mg/L): 准确称取 10.0 mg 丙烯酸标准品置于有少量纯水的 10 mL 容量瓶中, 并用纯水定容至刻度。

2、丙烯酸标准使用液(10 mg/L): 移取 0.5 mL 丙烯酸标准储备溶液置于有少量纯水的 50 mL 容量瓶中, 并用纯水定容至刻度。

3、移取丙烯酸标准使用液 0 mL、0.025 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL 置于有少量纯水的 5 mL 容量瓶中, 并用纯水定容至刻度, 得到 0 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 、400 $\mu\text{g/L}$ 、600 $\mu\text{g/L}$ 、800 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液系列。

1.5 实际样品前处理

1、水样的采集: 用离心管分别采集实验室自来水水样及实验室饮用水水样。

2、水样的处理: 取 2 mL 水样经 0.22 μm 混合纤维素酯滤膜过滤后直接进行测定。

3、加标样品 1(50 $\mu\text{g/L}$): 取 1.5 mL 实验室饮用水水样及 0.1 mL 800 $\mu\text{g/L}$ 丙烯酸标准品经 0.22 μm 混合纤维素酯滤膜过滤后进行测定。

4、加标样品 2(200 $\mu\text{g/L}$): 取 1.2 mL 实验室饮用水水样及 0.4 mL 800 $\mu\text{g/L}$ 丙烯酸标准品经 0.22 μm 混合纤维素酯滤膜过滤后进行测定。

5、加标样品 3(600 $\mu\text{g/L}$): 取 0.4 mL 实验室饮用水水样及 1.2 mL 800 $\mu\text{g/L}$ 丙烯酸标准品经 0.22 μm 混合纤维素酯滤膜过滤后进行测定。

2 测试(实验)结果

2.1 典型谱图 Typical spectra

600 $\mu\text{g/L}$ 的丙烯酸标准品按 3.2 实验条件进样分析, 所得结果如下所示:

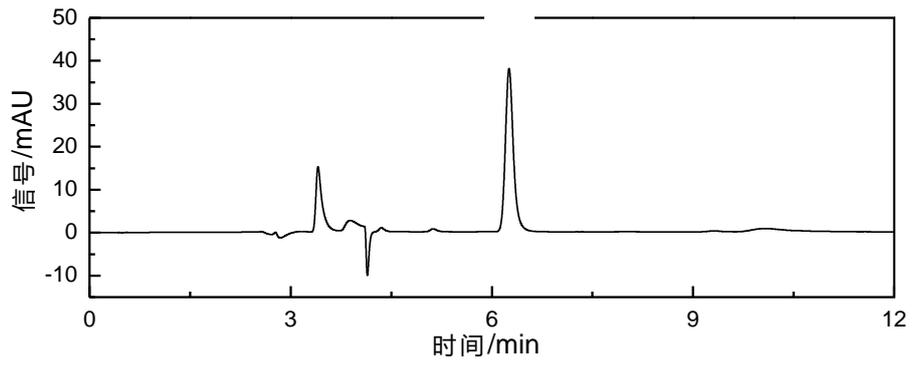


图 1 分离色谱图

Fig. 1 Separation chromatogram

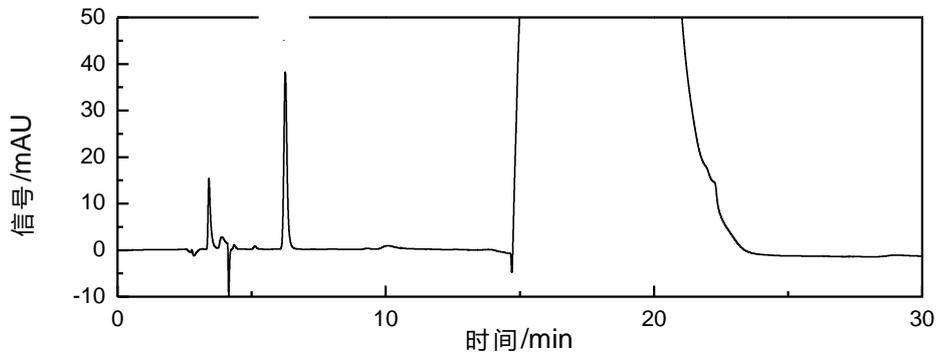


图 2 分离色谱图(含梯度洗脱)

Fig. 2 Separation chromatogram(include gradient elute)

表 1 分离色谱参数表

Table 1 Separation chromatography parameter table

序号 NO.	保留时间 (min) Reten time(min)	峰高(mAU) Peak Hight(mAU)	峰面积 (mAU.s) Peak Area(mAU.s)	不对称度 Asymmetr y	塔板数(N/m) Plate Number(N/m)	分离度 Resoluti on
1	6.256	37.989	317.95	1.357	56300	-

2.2 重复性 Repeatability

采用 600 $\mu\text{g/L}$ 丙烯酸标品按 3.2 实验条件连续进样 7 针，所得谱图及数据如下：

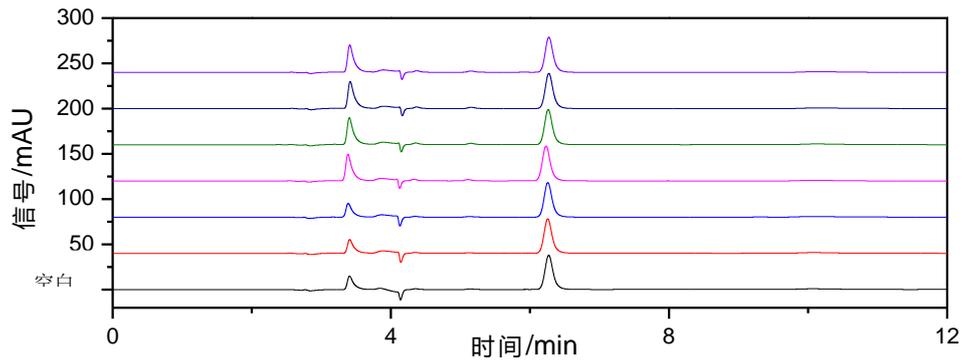


图3 分离重复性色谱图

Fig. 3 Separation repeatability chromatogram

表2 分离重复性色谱参数表

Table 2 Separation repeatability chromatography parameter table

测试项目	1	2	3	4	5	6	7	RSD (%)
保留时间(min) Reten time(min)	6.256	6.270	6.258	6.232	6.272	6.272	6.262	0.22
峰面积(mAU.s) Peak Area(mAU.s)	317.95	316.84	316.94	318.99	319.14	318.93	318.38	0.30

保留时间 RSD 为 0.22%，小于 1%；峰面积 RSD 为 0.30%，小于 2%。重复性良好。

2.3 线性曲线 Linear curves

采用浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 、400 $\mu\text{g/L}$ 、600 $\mu\text{g/L}$ 、800 $\mu\text{g/L}$ 的丙烯酸标品按 3.2 实验条件，所得数据及线性曲线如下：

表3 线性曲线参数表

Table 3 Linear curve parameter table

浓度($\mu\text{g/L}$) Concentration ($\mu\text{g/L}$)	0	50	100	200	400	600	800
峰面积(mAU.s) Peak Area(mAU.s)	0	26.62	51.13	102.46	204.81	302.98	403.02

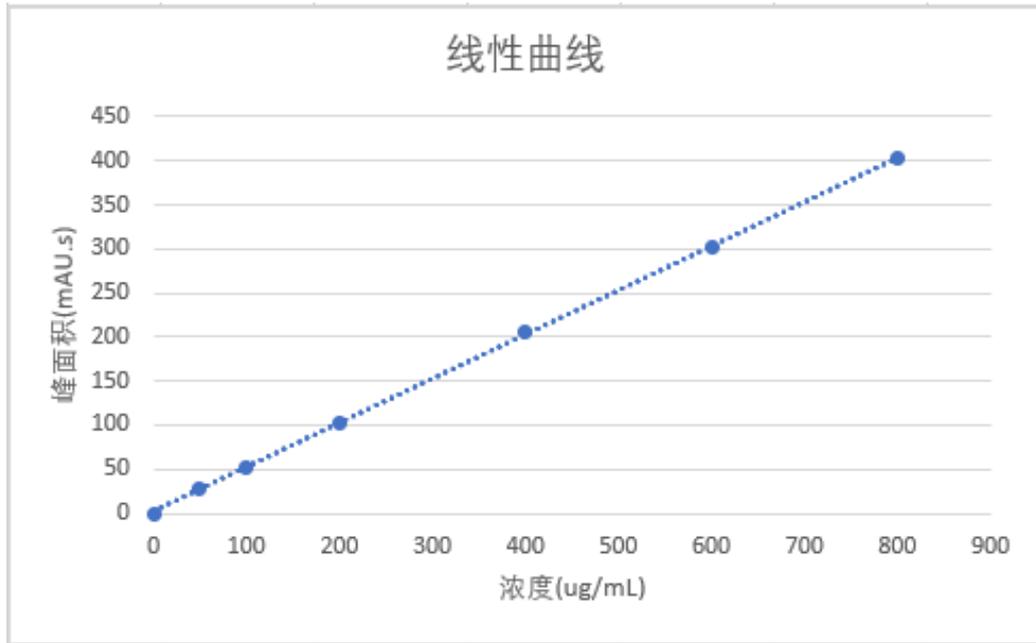


图 4 线性曲线图

Fig. 4 Linear graph

所得曲线方程为 $y = 0.5034x + 1.2352$, $r = 0.9999$, 大于 0.9995, 在 0-800 $\mu\text{g/L}$ 之间具有良好的线性关系。

2.4 灵敏度 Sensitivity

将 50 $\mu\text{g/L}$ 的丙烯酸标准品按 3.2 实验条件进样分析, 所得计算结果如下所示:

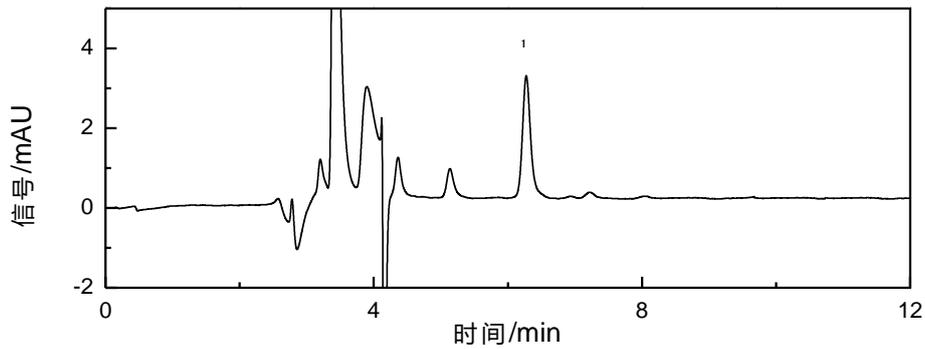


图 5 分离色谱图

Fig. 5 Separation chromatogram

表 4 分离色谱参数表

Table 4 Separation chromatography parameter table

序号 No.	保留时间(min) Reten time(min)	峰高(mAU) Peak Hight(mAU)	噪音(mAU) baseline noise (mAU)	信噪比 signal-noise ratio
1	6.274	3.066	0.04	76

50 $\mu\text{g/L}$ 的丙烯酸色谱峰信噪比(S/N)为 76, 大于 10。进一步计算仪器检出限和定量限, 如下表 5 所示。

表 5 Table 5 仪器 LOD/LOQ 计算结果

物质名称	仪器检出限	仪器定量限	方法检出限	方法定量限
Name of substance	(LOD)($\mu\text{g/L}$)	(LOQ)($\mu\text{g/L}$)	(MDL)($\mu\text{g/L}$)	(MQL)($\mu\text{g/L}$)
丙烯酸	1.97	6.57	1.57	5.25
Acrylic acid				

2.5 加标回收率 Spiked recovery rate

将实际样品(实验室饮用水)、加标样品 1 (50 $\mu\text{g/L}$)、加标样品 2 (200 $\mu\text{g/L}$)、加标样品 3 (600 $\mu\text{g/L}$)按 3.2 实验条件进样分析, 所得计算结果如下所示:

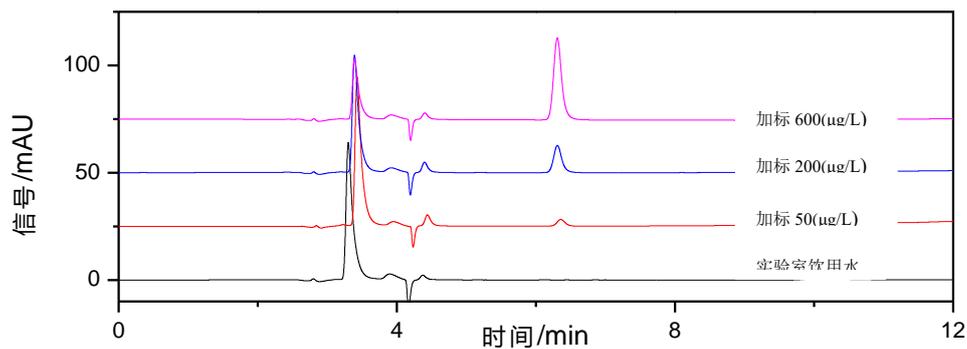


图 6 加标样品分离色谱图

Fig. 6 Separation chromatogram of spike sample

表 6 加标样品分离色谱参数表

Table 4 Separation chromatography parameter table of spike sample

序号 NO.	加标浓度($\mu\text{g/L}$) Spiked Concentration ($\mu\text{g/L}$)	峰面积(mAU.s) Peak Area(mAU.s)	加标回收率(%) Spiked Recovery rate(%)
加标样品 1	50	26.85	101.7
加标样品 2	200	106.9	100.08
加标样品 3	600	313.12	103.2

2.6 实际样品分析

将实际样品(实验室饮用水)按 3.2 实验条件进样分析, 所得计算结果如下所示:

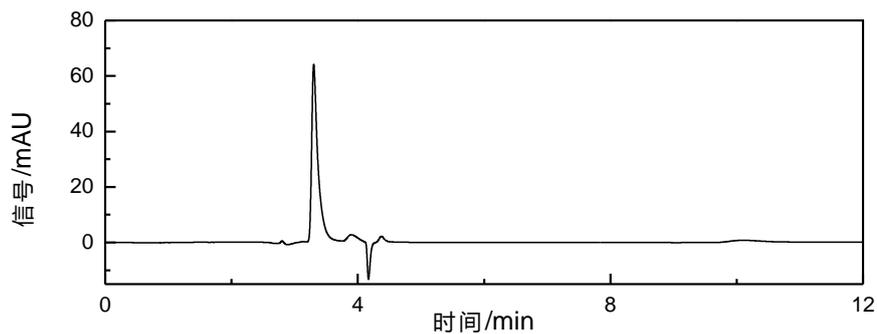


图 7 分离色谱图

Fig. 7 Separation chromatogram

将实际样品(实验室自来水)按 3.2 实验条件进样分析, 所得计算结果如下所示:

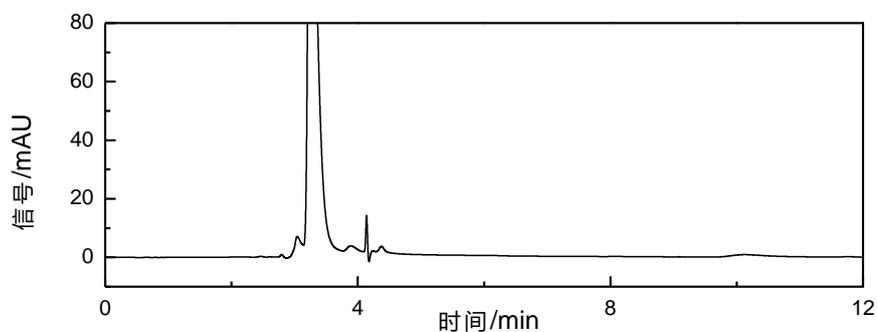


图 8 分离色谱图

Fig. 8 Separation chromatogram

2.7 空白样品、实际样品、标准品叠加谱图

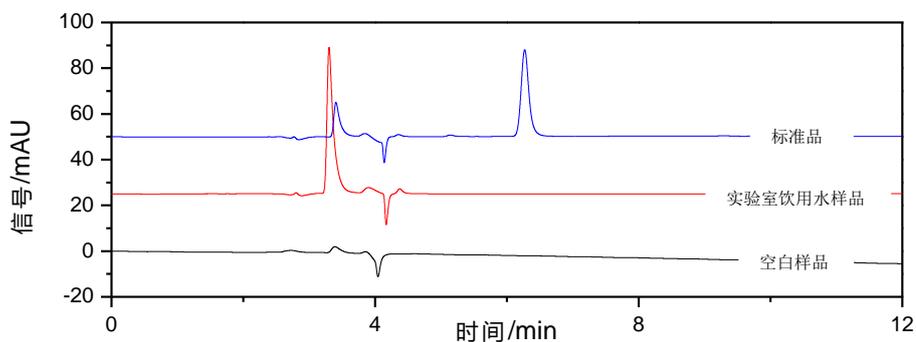


图 9 分离色谱图

Fig. 9 Separation chromatogram of spike sample

3 结论

丙烯酸标准品采用依利特 iChrom5100 系统及 Supersil ODS2 5um, ID4.6*250mm 色谱柱

所测得的各项指标均满足符合系统适用性要求，具体如下表所示。

表 6 Table 6 HPLC 系统适应性验证结果汇总

序号	项目	标准要求值	实测值	结论
1	最低检测浓度	50 μ g/L	1.57 μ g/L	满足
2	保留时间重复性	\leq 1%	0.22%	满足
3	峰面积重复性	\leq 2%	0.30%	满足
4	线性相关系数 r	\leq 0.999	0.9999	满足
5	加标回收率(50 μ g/L)	93.5%~108 %	101.7%	满足
6	加标回收率(200 μ g/L)	98.6%~105 %	100.08%	满足
7	加标回收率(600 μ g/L)	98.2%~105 %	103.2%	满足