

高效液相色谱法测定生活饮用水中丙烯酸含量

LC-360

摘要： 本文使用岛津液相色谱仪 LC-40，建立了生活饮用水中丙烯酸含量的检测方法。在 50 ~ 1200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，相关系数为 0.9999。取浓度为 50 $\mu\text{g/L}$ 自来水加标溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD 为 1.6%。分别取低、中、高三个浓度的自来水进行加标回收率测试，平均回收率为 104%，以 3 倍信噪比计算检出限，丙烯酸的检出限为 0.0097 mg/L ，以 10 倍信噪比计算定量限，丙烯酸的定量限为 0.029 mg/L ，满足生活饮用水检测的要求。

关键词： 高效液相色谱法 生活饮用水 丙烯酸

技术特点：

- ❖ 样品前处理简单，只需用滤膜过滤。
- ❖ 目标物和干扰物分离良好，丙烯酸的检出限为 9.7 $\mu\text{g/L}$ 。

丙烯酸树脂及丙烯酸酯类树脂广泛应用于塑料、纺织、建材、皮革、包装材料等众多行业，丙烯酸是合成丙烯酸树脂及丙烯酸酯类树脂的主要原料，丙烯酸树脂及丙烯酸酯类树脂相关产品中可能存在少量丙烯酸单体残留，而丙烯酸易溶于水，可通过接触进入水体。丙烯酸具有中等毒性，有刺激性气味，对皮肤、眼睛和呼吸道黏膜有强烈的刺激性。2022 年 3 月 15 日，新发布的 GB/T 5749-2022《生活饮用水卫生标准》中关于丙烯酸的参考指标限值为 0.5 mg/L 。即将发布的 GB/T

5750-2022《生活饮用水标准检验方法》已经将丙烯酸检验方法纳入，其中第一法为高效液相色谱法，第二法为离子色谱法。

本文选用高效液相色谱法，参考即将发布的 GB/T 5750-2022《生活饮用水标准检验方法》和相关文献，采用岛津高效液相色谱仪 LC-40，建立了生活饮用水中丙烯酸含量检测方法，方法的线性范围、相关系数、准确度、重复性、检出限等均满足标准的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40D XR 高效液相色谱仪，具体配置为：

系统控制器：	CBM-40	脱气机：	DGU-405
输液泵：	LC-40D XR	自动进样器：	SIL-40C XR
柱温箱：	CTO-40	检测器：	SPD-M40
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.103		

1.2 色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GIST (250 mm \times 4.6 mm I.D., 5 μm) P/N: 227-30017-08, 岛津 (上海) 实验室器材有限公司		
流动相 A：	0.2% 磷酸水溶液	流动相 B：	乙腈
流速：	1.0 mL/min	进样量：	20 μL
波长：	205 nm		
洗脱模式：	梯度洗脱，B 相起始比例为 10%，时间程序见表 1		

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A(%)	B(%)
4.00	90	10
4.10	40	60
8.00	40	60
8.10	90	10
14.00	90	10

■ 样品前处理

2.1 标准溶液配制

丙烯酸标准储备液 [ρ (C_2H_3COOH) = 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。

丙烯酸标准使用液 [ρ (C_2H_3COOH) = 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。

校准曲线溶液: 移取丙烯酸标准使用液 [ρ (C_2H_3COOH) = 10 mg/L] 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 置于有少量纯水的 50 mL 容量瓶中, 并用纯水定容至刻度, 得到 0 μ g/L、50 μ g/L、100 μ g/L、200 μ g/L、400 μ g/L、800 μ g/L、1200 μ g/L 的校准溶液。

2.2 水样的处理

水样经 0.22 μ m 混合纤维素酯滤膜过滤后直接进行测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品色谱图

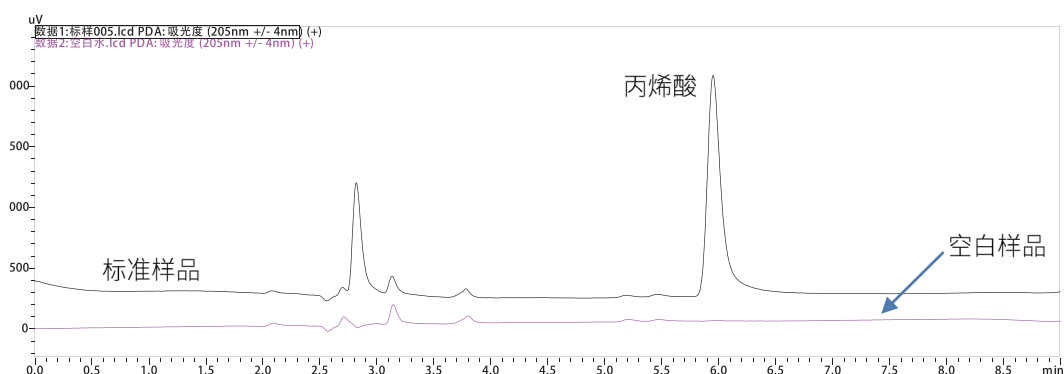


图 1 丙烯酸标准溶液 (浓度 800 μ g/L) 和空白样品色谱图

从丙烯酸标准样品和空白样品的谱图上看, 丙烯酸峰形正常, 且未出现干扰峰, 说明在本实验条件下专属性良好。

3.2 校准曲线、检出限及定量限

采用外标法制作校准曲线, 校准曲线如下图 2。以 50 μ g/L 浓度点的色谱峰信噪比计算出检出限 ($S/N=3$) 和定量限 ($S/N=10$), 校准曲线信息及检出限、定量限结果见表 2。

结果显示, 丙烯酸在 50~1200 μ g/L 浓度范围内, 线性相关系数 r 大于 0.999, 线性良好, 准确度为 96.5%~112.6%, 检出限为 9.7 μ g/L, 定量限为 29.4 μ g/L。

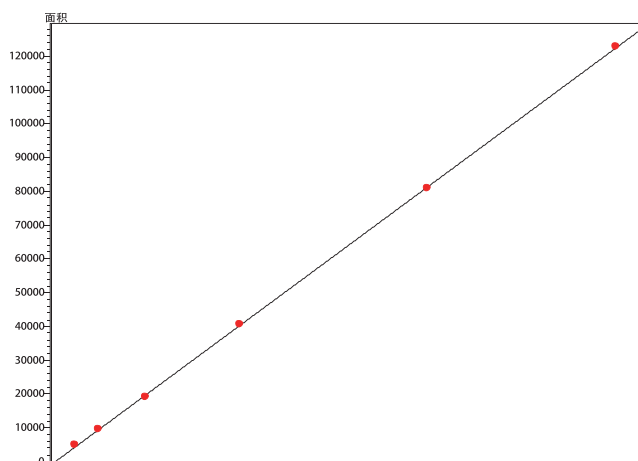


图 2 丙烯酸校准曲线

表 2 校准曲线信息及检出限、定量限

化合物名称	线性方程	相关系数 R	准确度 (%)	检出限 (μg/L)	定量限 (μg/L)
丙烯酸	$y=102.686x-818.99$	0.9999	96.5~112.6	9.7	29.4

3.3 重复性测试

取加标浓度为 50 μg/L 的自来水样品连续 6 次进样，考察仪器重复性，结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

化合物		1	2	3	4	5	6	RSD (%)
丙烯酸	保留时间	5.947	5.957	5.961	5.969	5.970	5.970	0.17
	峰面积	5495	5430	5591	5649	5444	5548	1.6

3.4 回收率测试

取三份自来水样品，分别加入丙烯酸标准溶液，混匀配制成低、中、高三个浓度的加标样品，根据添加量计算出丙烯酸的理论浓度。样品经前述的前处理后，上机测定丙烯酸浓度。取两次平行测定结果的平均值评估回收率。回收率结果见表 4，总平均回收率为 104%。

表 4 三个浓度平行测定回收率结果

No.	化合物	测定浓度 1	测定浓度 2	理论浓度 (μg/L)	平均回收率 (%)
1	丙烯酸	110.1	111.5	100	110.8
2		503.2	501.2	500	100.4
3		1015	1000	1000	100.8

实际样品检测

对实验室自来水进行检测。自来水样品和定量下限标准样品色谱图见图 3，检测结果为未检出。

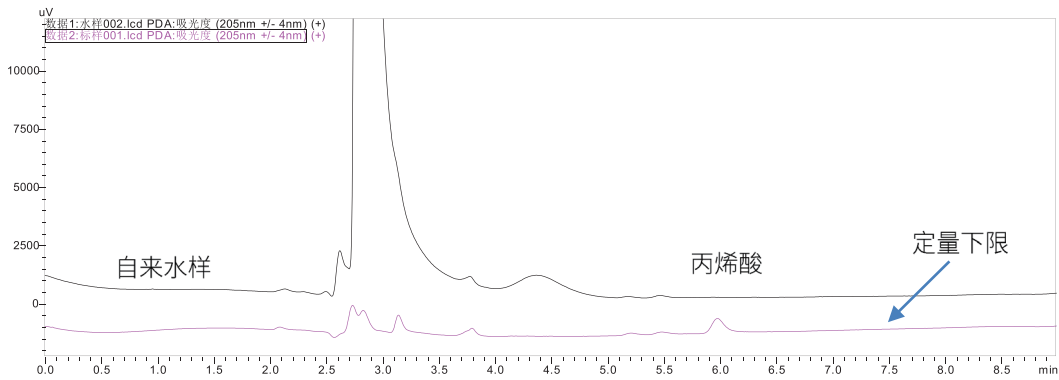


图3 实验室自来水和定量下限标准样品色谱图

■ 结论

采用 LC-40 建立了生活饮用水中丙烯酸含量的检测方法。本方法样品前处理简单方便，且目标峰与干扰物分离良好。重复性和回收率测试结果表明，系统精密度好，且方法准确性高。丙烯酸的检出限为 9.7 $\mu\text{g/L}$ ，满足 GB/T 5750-2022 中最低检测质量浓度 50 $\mu\text{g/L}$ 的要求。该方法可为生活饮用水中丙烯酸含量的测定提供参考。

岛津应用云

