

Application News

No. L508

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

依据日本水质标准 使用衍生化-高效液相色谱法对甲醛进行分析

Analysis of Formaldehyde by the Derivatization-High Performance Liquid Chromatography Method, in Compliance with Water Quality Standards

2016年3月30日日本颁布了水质标准相关省令的修订版（2016年厚生劳动省条例第115号，2016年4月1日施行），修改了条例第261号的部分内容。其中，新增了衍生化-高效液相色谱法作为甲醛的检查方法。标准值与以往设定值相同，均在0.08 mg/L以下。

本文向您介绍使用岛津一体化高效液相色谱仪 Prominence-i，按照衍生化-高效液相色谱法（以下简称“条例法”）对甲醛进行分析的示例。

■ 分析方法

Analytical Method

按照条例法进行预处理，向样品添加磷酸与2,4-二硝基苯肼溶液（以下简称“DNPH溶液”）。如果水样中含残留的氯，则向100 mL样品中添加0.1~0.5 mL的氯化铵溶液（1 w/v%）后进行衍生化处理。图1为条例法规定的预处理步骤。

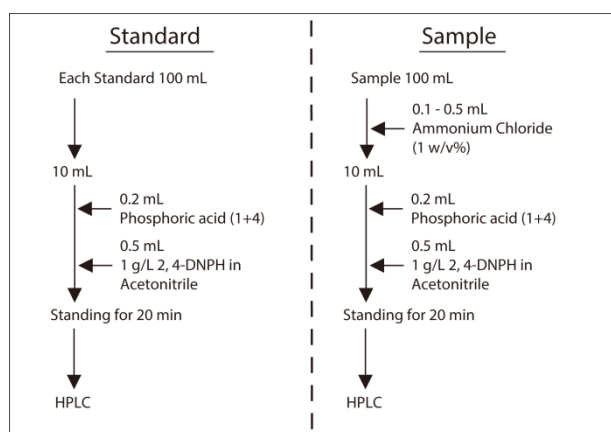


图1 预处理
Pretreatment

■ 标准溶液的分析

Analysis of Standard Solution

图2为浓度在标准值1/10以下的甲醛标准溶液(0.005 mg/L)的分析结果，表1为分析条件。由此可知，对超纯水进行同样的衍生化处理后，检测到微量的甲醛，其含量比自来水水质检查方法的有效性评估指导原则*中规定的数值要小。

* 厚生劳动省《自来水水质检查方法的有效性评估指导原则》中规定，辨别出干扰峰时，应确认干扰峰的峰面积低于标准值浓度1/10的标准溶液所得峰面积的1/3。

表1 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D.)
流动相	: 水/乙腈=50/50 (v/v)
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 40 °C
进样体积	: 50 μL
检测器	: UV 360 nm (流通池温度 40 °C)

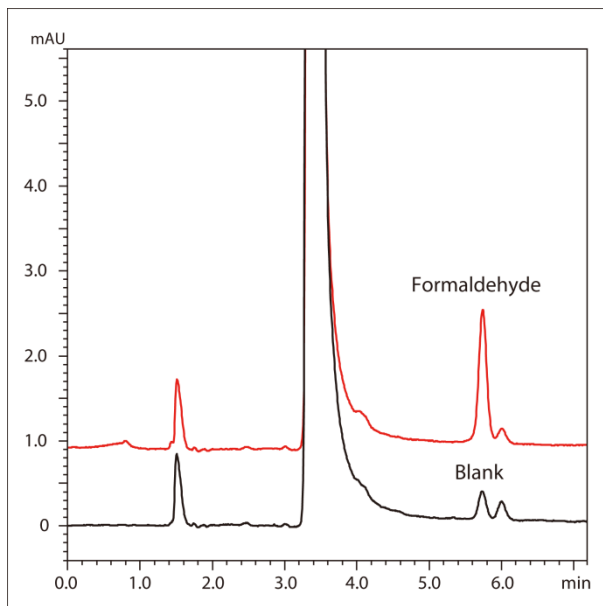


图2 甲醛标准溶液的色谱图
(上一行: 甲醛 0.005 mg/L 下一行: 超纯水)
Chromatogram for a Standard Formaldehyde Solution
(Upper: Formaldehyde at 0.005 mg/L; Lower: Blank)

■ 线性

Linearity

图3为甲醛标准溶液的标准曲线。按照条例法中的规定，在0.005~0.1 mg/L 的浓度范围绘制。由图可知，相关系数（R²）在0.999 以上，说明线性良好。

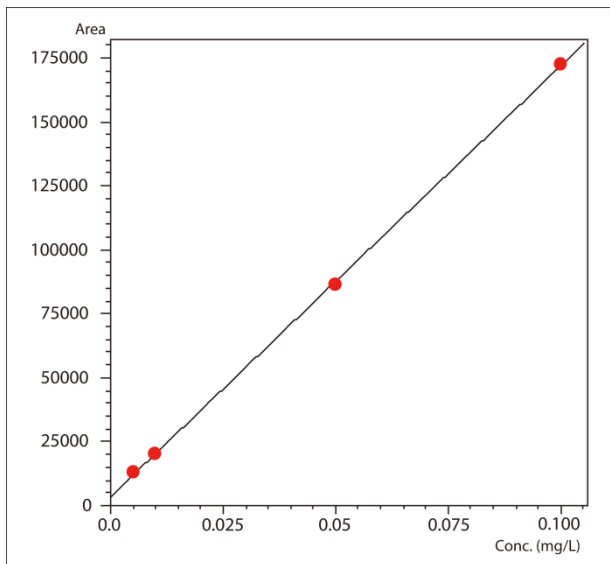


图3 标准曲线
Calibration Curve

■ 重复性

Repeatability

图4为对浓度在标准值1/10以下的甲醛标准溶液(0.005 mg/L)重复分析6次得到的色谱图、保留时间以及峰面积相对标准偏差(%RSD)。

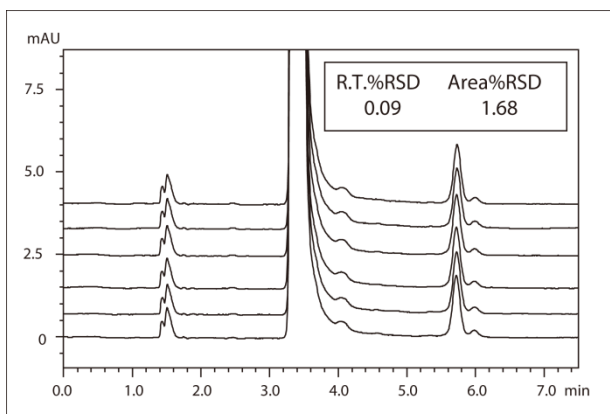


图4 甲醛标准溶液的色谱图 (0.005 mg/L, n=6)
Chromatograms for a Standard Formaldehyde Solution (0.005 mg/L, n = 6)

■ 自来水的分析

Analysis of Tap Water

图5为在自来水中添加浓度为标准值1/10 (0.008 mg/L) 的甲醛标准溶液后的分析结果。由图可知，自来水中虽然含有浓度在标准值浓度以下的甲醛，但并未对定量结果造成影响。加标回收率为109%。

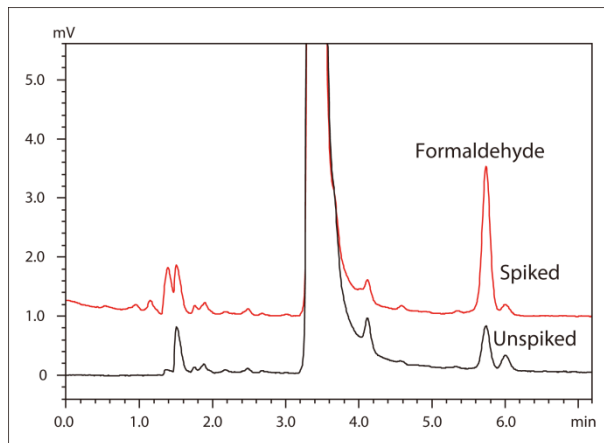


图5 自来水的色谱图
(上一行: 添加 0.008 mg/L 甲醛 下一行: 未添加)
Chromatograms for Tap Water
(Upper: Spiked with 0.008 mg/L Formaldehyde; Lower: Unspiked)