

高效液相色谱法测定固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸含量

LC-343

摘要：本文参照《固定污染源废气 丙烯酸和甲基丙烯酸的测定 液相色谱法》（征求意见稿），使用液相色谱仪建立了高效液相色谱法测定固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸含量的分析方法，并对方法的线性、精密度及加标回收率进行了考察。分析结果表明，丙烯酸和甲基丙烯酸在线性范围内线性关系良好；精密度溶液连续进 6 针，目标物保留时间相对标准偏差不大于 0.1%，峰面积的相对标准偏差不大于 1.5%，重复性好，稳定性强；分别对空白加标量为 1.00 μg 、15.0 μg 、150 μg 的样品进行 6 次重复测定，加标回收率为 90.5%~114.3%。方法的线性、重复性及加标回收率符合标准要求，可为固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸含量测定提供参考。

关键词：液相色谱法 固定污染源废气 丙烯酸和甲基丙烯酸

丙烯酸和甲基丙烯酸是重要的化工原料，广泛应用于化工行业。丙烯酸和甲基丙烯酸污染对生态环境是一个潜在风险，准确测定固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸的含量，对防治生态环境污染

和改善生态环境质量有重要意义。

本文采用高效液相色谱法测定固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸的含量，操作性和实用性强，可供相关检测参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 LC-40 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：CBM-40Alite

进样器：SIL-40

柱温箱：CTO-40S

输液泵：LC-40D

脱气机：DGU-403

检测器：SPD-40

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (250 mm \times 4.6 mm I.D., 5 μm)

岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 227-30017-08

流动相：0.01% 磷酸溶液：乙腈 =92:8 (v/v)

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

流速：1.5 mL/min

运行时间：15 min

进样量：10 μL

检测波长：200 nm

1.3 溶液配制

1.3.1 试剂

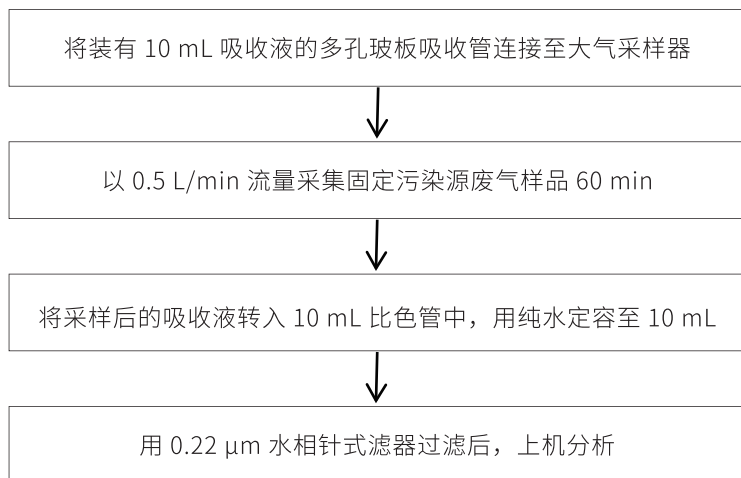
吸收液：纯水

丙烯酸标准贮备液：准确称取 0.100 g 丙烯酸溶于适量水中，全量转入 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，混匀。（溶液浓度：1000 mg/L）

甲基丙烯酸标准贮备液：准确称取 0.100 g 甲基丙烯酸溶于适量水中，全量转入 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，混匀。（溶液浓度：1000 mg/L）

混合标准使用液：准确移取 2.00 mL 丙烯酸贮备液和 2.00 mL 甲基丙烯酸贮备液于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，混匀。（溶液浓度：20 mg/L）

■ 样品前处理



■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

丙烯酸和甲基丙烯酸的标准色谱图如图 1 所示，相关化合物信息见表 1。

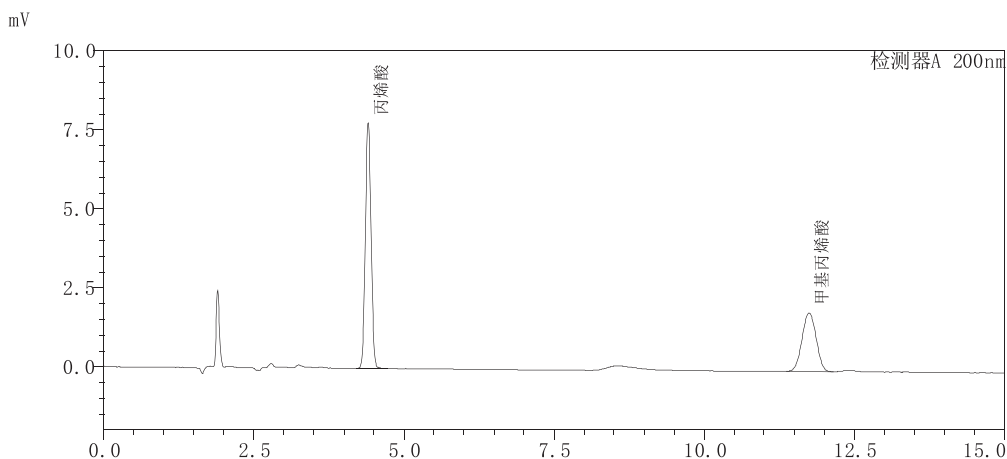


图 1 丙烯酸和甲基丙烯酸 (1.00 mg/L) 的标准色谱图

表 1 滤袋试样中聚四氟乙烯含量分析结果

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	丙烯酸	Acrylic acid	79-10-7	4.405
2	甲基丙烯酸	Methacrylic acid	79-41-4	11.747

2.2 校准曲线和检出限

分别取适量混合标准使用液 (1.3.1), 用水稀释, 制备标准系列, 目标化合物的质量浓度分别为 0.10 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L。按“1.2 分析条件”进行测定, 使用外标法定量。以峰面积为纵坐标, 对应的标准系列溶液浓度为横坐标, 绘制校准曲线。校准曲线线性关系良好, 相关系数大于 0.9999。检出限溶液中目标化合物的质量浓度为 0.04 mg/L, 检出限溶液进样 10 针, 当环境空气采样体积为 30 L (标准状态), 试样定容体积为 10 mL 时, 计算方法检出限和测定下限, 线性相关系数及方法检出限和测定下限如表 2 所示。

表 2 标准系列溶液线性相关系数及方法检出限和测定下限

No.	目标物	线性方程	相关系数 (r)	方法检出限 (mg/m ³)	测定下限 (mg/m ³)
1	丙烯酸	Y=51694.0X+513.517	0.9999	0.0003	0.0012
2	甲基丙烯酸	Y= 30670.2X-491.545	0.9999	0.0017	0.0068

2.3 精密度

分别对空白加标量为 1.00 μg、15.0 μg、150 μg 的样品进行 6 次重复测定，相当于模拟空气浓度为 0.033 mg/m³、0.500 mg/m³、5.00 mg/m³ 采样后测定，精密度溶液的保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。

表 3 精密度溶液的保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

No.	目标物	加标量 1.00 μg		加标量 15.0 μg		加标量 150 μg	
		保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
1	丙烯酸	0.03	0.40	0.03	0.05	0.02	0.15
2	甲基丙烯酸	0.06	1.14	0.04	0.15	0.03	0.29

2.4 加标回收率

空白溶液：纯水

分析空白溶液和空白加标样品，空白溶液和加标 1 样品叠加色谱图如图 2 所示，加标回收率结果如表 4 所示。

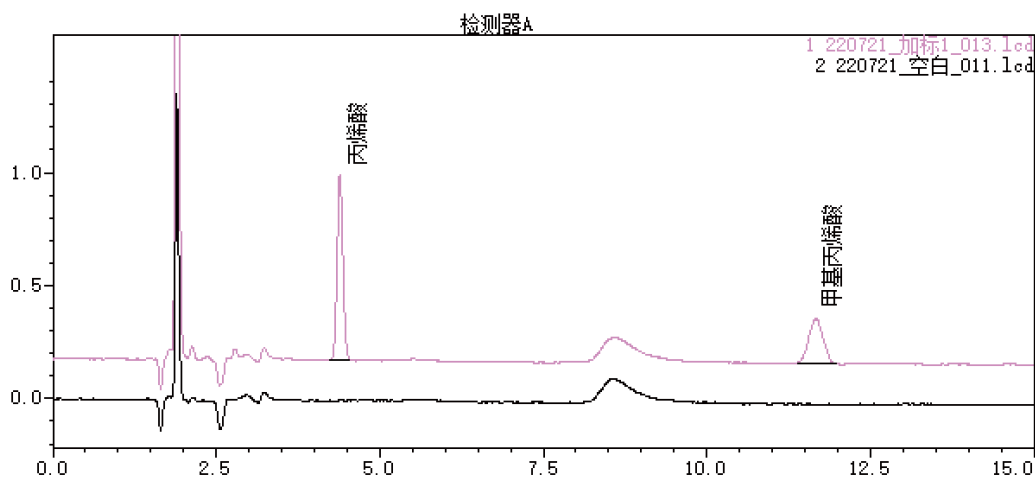


图 2 空白溶液和加标 1 样品叠加色谱图

表 4 加标回收率结果

No.	目标物	空白含量 (μg)	加标 1			加标 2			加标 3		
			加标量 1 (μg)	结果 1 (μg)	回收率 1 (%)	加标量 2 (μg)	结果 2 (μg)	回收率 2 (%)	加标量 3 (μg)	结果 3 (μg)	回收率 3 (%)
1	丙烯酸	N.D.	1.00	0.905	90.5	15.0	15.800	105.3	150	149.125	99.4
2	甲基丙烯酸	N.D.	1.00	1.143	114.3	15.0	15.898	106.0	150	147.209	98.1

备注：N.D. 表示未检出

2.5 样品

分析样品溶液，样品中丙烯酸和甲基丙烯酸未检出，样品溶液和检出限溶液叠加色谱图如图 3 所示。

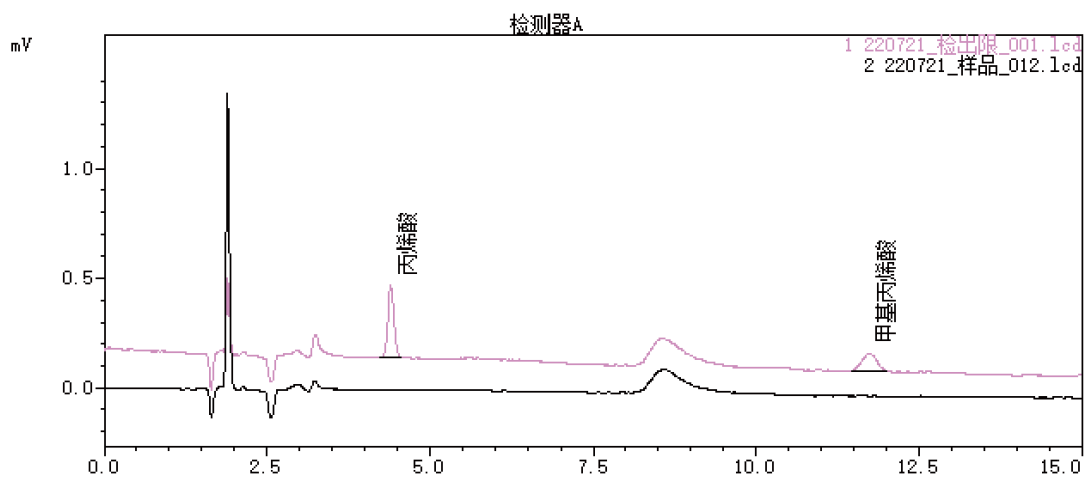


图3 样品溶液和检出限溶液叠加色谱图

■ 结论

本文建立了高效液相色谱法测定固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸含量的分析方法，分析结果表明：丙烯酸和甲基丙烯酸在各自浓度范围内，线性良好，重复性佳，设定条件下加标回收率为 90.5%~114.3%。该方法灵敏度高、重复性好，可用于固定污染源废气中丙烯酸和甲基丙烯酸含量的检测。

岛津应用云

