

高效液相色谱法测定环境空气中酰胺类化合物含量

LC-329

摘要：本文参照 HJ 801-2016 建立了高效液相色谱法测定环境空气中酰胺类化合物含量的分析方法，并对方法的线性、精密度及加标回收率进行了考察。结果显示，各化合物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在 0.1%~0.3% 之间，重复性好，稳定性强；对甲酰胺（加标量为 5.0 μg 、50 μg 和 250 μg ）、丙烯酰胺（加标量为 2.5 μg 、25 μg 和 100 μg ）、N, N- 二甲基甲酰胺（加标量为 5.0 μg 、50 μg 和 200 μg ）、N, N- 二甲基乙酰胺（加标量为 5.0 μg 、50 μg 和 200 μg ）的空白加标样品进行测定，加标回收率为 90%~110%。方法的线性、重复性及加标回收率符合标准要求，可为环境空气中酰胺类化合物含量测定提供参考。

关键词：液相色谱法 环境空气 酰胺类化合物

酰胺类化合物是重要的化工原料，广泛应用于薄膜、纤维、涂料、制药、合成革和制衣等行业。酰胺类化合物可经呼吸道、皮肤和胃肠道吸收进入体内，对皮肤、黏膜有刺激性，会损伤中枢神经系统和肝、肾、胃等重要内脏。环境空气中的酰胺类化合物污染对人体健康和环境保护是一个潜在风险，准确测定空气中

酰胺类化合物的含量，对人体健康及环境保护工作有重要意义。

本文采用高效液相色谱法测定环境空气中酰胺类化合物的含量，其中酰胺类化合物包括甲酰胺、丙烯酰胺，N,N- 二甲基甲酰胺和 N,N- 二甲基乙酰胺，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-16 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：CBM-20Alite

自动进样器：SIL-16

柱温箱：CTO-16L

输液泵：LC-16

脱气机：DGU-20A

检测器：SPD-16

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIS (150 mm x 4.6 mm I.D., 3 μm)

岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 227-30096-31

流动相：水：乙腈 = 97：3 (v/v)

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

流速：0.5 mL/min

运行时间：15 min

进样量：5 μL

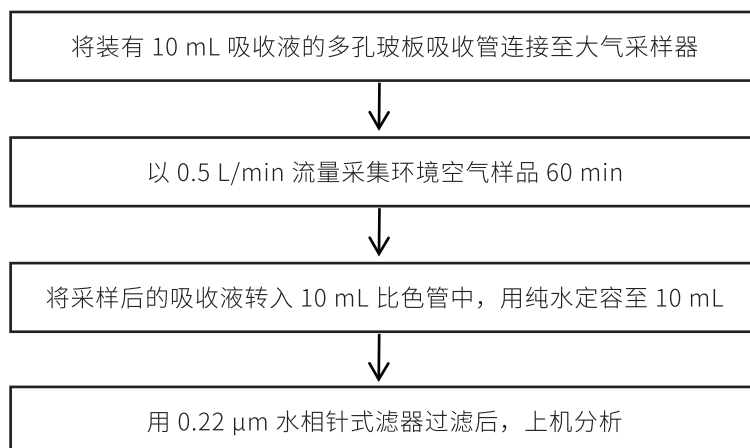
检测波长：198 nm

1.3 溶液配制

1.3.1 试剂

吸收液：纯水

1.3.2 样品前处理



■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

酰胺类化合物的标准色谱图如图 1 所示，相关化合物信息见表 1。

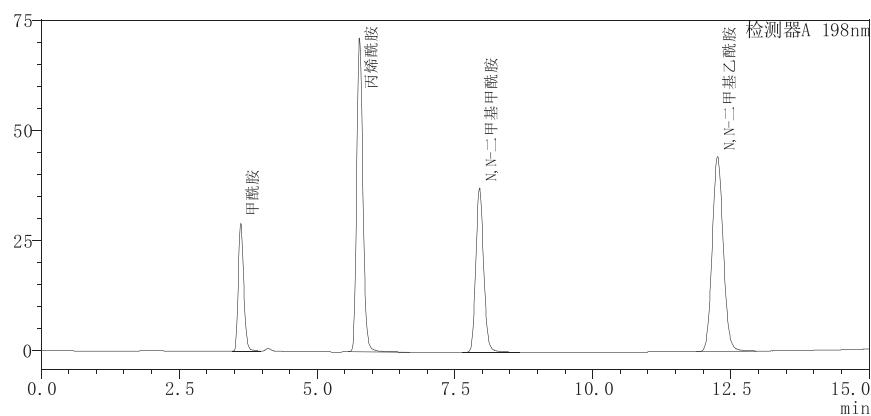


图 1 甲酰胺 (10.0 mg/L)、丙烯酰胺 (5.00 mg/L)、N, N-二甲基甲酰胺 (5.00 mg/L)、N, N-二甲基乙酰胺 (10.0 mg/L) 的标准色谱图

表 1 标准溶液中酰胺类化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	甲酰胺	Formamid	75-12-7	3.619
2	丙烯酰胺	Acrylamide	79-06-1	5.772
3	N, N-二甲基甲酰胺	N,N-Dimethylformamide	68-12-2	7.946
4	N, N-二甲基乙酰胺	N,N-Dimethylacetamide	127-19-5	12.260

2.2 校准曲线和检出限

以纯水为溶剂，配制酰胺类化合物标准系列溶液，标准系列溶液浓度如表 2 所示。

表 2 酰胺类化合物标准系列溶液浓度

No.	标准系列浓度 (mg/L)			
	甲酰胺	丙烯酰胺	N, N- 二甲基甲酰胺	N, N- 二甲基乙酰胺
1	0.50	0.25	0.25	0.50
2	5.00	2.50	2.50	5.00
3	10.0	5.00	5.00	10.0
4	20.0	10.0	10.0	20.0
5	50.0	25.0	25.0	50.0

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。当环境空气采样体积为 30 L(标准状态),吸收液体积为 10 mL 时,计算方法检出限和测定下限,标准系列溶液的准确度、线性相关系数及方法检出限和测定下限如表 3 所示。

表 3 标准系列溶液的准确度、线性相关系数及方法检出限和测定下限

No.	化合物	线性方程	相关系数 (r)	准确度 (%)	方法检出限 (mg/m ³)	测定下限 (mg/m ³)
1	甲酰胺	Y= 20065.7X+907.437	0.9999	97.4-101.5	0.01	0.04
2	丙烯酰胺	Y= 112761X-221.106	0.9999	98.9-105.2	0.01	0.04
3	N, N- 二甲基甲酰胺	Y= 75276.2X-824.598	0.9999	98.7-108.0	0.01	0.04
4	N, N- 二甲基乙酰胺	Y= 62388.0X-1328.02	0.9999	98.7-108.0	0.01	0.04

2.3 精密度

采用甲酰胺 (0.50 mg/L)、丙烯酰胺 (0.25 mg/L)、N, N- 二甲基甲酰胺 (0.50 mg/L)、N, N- 二甲基乙酰胺 (0.50 mg/L) 的精密度溶液连续测定 6 次,考察仪器的精密度,精密度溶液的保留时间和峰面积的重复性结果如表 4 所示。结果显示: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在 0.1%~0.3% 之间,显示仪器精密度良好。

表 4 精密度溶液的保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

No.	目标物名称	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)
1	甲酰胺	0.020	0.247
2	丙烯酰胺	0.010	0.201
3	N, N- 二甲基甲酰胺	0.006	0.148
4	N, N- 二甲基乙酰胺	0.005	0.247

2.4 加标回收率

分析空白和空白加标样品,空白和加标 1 样品叠加上色谱图如图 2 所示,加标回收率结果见表 5。

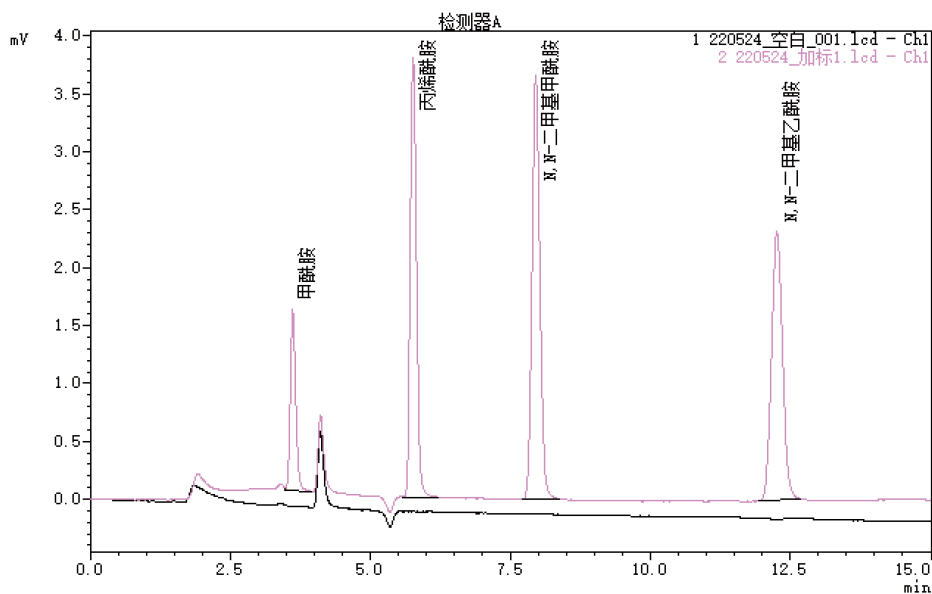


图2 空白和加标1样品叠加色谱图

表5 酰胺类化合物加标回收率结果

No.	目标物	空白含量 (μg)	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	甲酰胺	N.D.	5.0	4.85	97.0	50	51.12	102.2	250	248.71	99.5
2	丙酰胺	N.D.	2.5	2.60	104.0	25	25.35	101.4	100	100.46	100.5
3	N, N- 二甲基 甲酰胺	N.D.	5.0	4.84	96.8	50	46.72	93.4	200	183.80	91.9
4	N, N- 二甲基 乙酰胺	N.D.	5.0	5.29	105.8	50	50.83	101.7	200	200.79	100.4

备注：N.D. 表示未检出

结论

本文参照 HJ 801-2016 建立了使用 LC-16 测定环境空气中酰胺类化合物含量的高效液相色谱分析方法，分析结果表明，甲酰胺等化合物在各自浓度范围内，各化合物线性良好，重复性佳，设定条件下加标回收率为 90%~110%。该方法灵敏度高、重复性好，可用于环境空气中酰胺类化合物含量的检测。

岛津应用云

