

高效液相色谱法测定生活饮用水中二苯胺含量

LC-458

摘要: 本文使用岛津液相色谱仪 LC-16, 建立了生活饮用水中二苯胺的检测方法。在 0.01 ~ 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内, 相关系数 r 为 0.999。取浓度为 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 自来水加标溶液连续 6 次进样, 二苯胺峰面积 RSD 为 0.754%, 保留时间 RSD 为 0.072%。分别添加低中高三个浓度水平的二苯胺标准品溶液回收率为 100.0%, 101.0%, 99.8%。以 3 倍信噪比计算检出限, 二苯胺的检出限为 0.003 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 以 10 倍信噪比计算定量限, 二苯胺的定量限为 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 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 二苯胺

技术特点:

- ❖ 前处理对国标方法进行了优化, 操作步骤简单。
- ❖ 此方法准确可靠灵敏度更高, 线性范围的最低点低于国标方法。

二苯胺 (Diphenylamine), 是一种有机化合物, 化学式为 $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{N}$, 为白色结晶性粉末, 主要用于制造润滑油抗氧化剂、塑料抗氧化剂、橡胶防老剂、火药安定剂, 也用作染料和农药的中间体, 它的大量使用, 会对环境水体造成影响, 因此需要对水中二苯胺的残留进行监测, 由国家卫生健康委员会提出并归口, 经国家市场监督管理总局批准并发布的 GB/T 5750.8-2023《生活饮用水标准检验方法》已经将二

苯胺检验方法纳入其中。

本文选用液相色谱法, 参照 GB/T 5750.8-2023《生活饮用水标准检验方法》中第 8 部分有机物指标二苯胺的测定方法, 并参考了相关文献, 采用岛津高效液相色谱仪 LC-16, 建立了生活饮用水中二苯胺含量检测方法。本文选用液相色谱法的线性范围、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 LC-16 高效液相色谱仪, 具体配置为:

系统控制器 :	CBM-20ALite	脱气机 :	DGU-20A _{SR}
输液泵 :	LC-16	自动进样器 :	SIL-16
柱温箱 :	CTO-20A	检测器 :	SPD-M30
色谱工作站 :	LabSolutions Ver. 5.90		

1.2 色谱条件

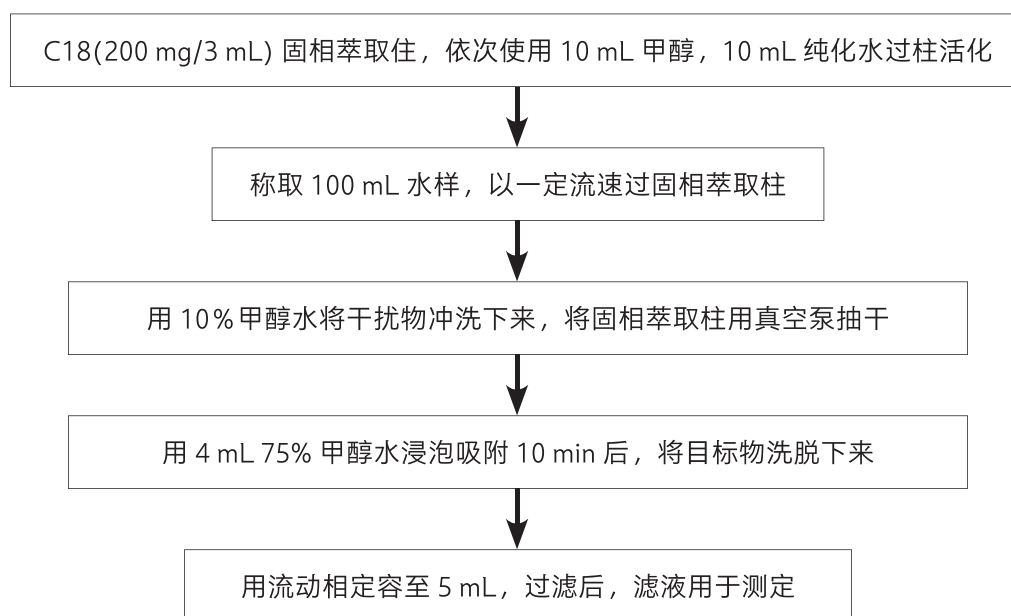
色谱柱 :	Shim-pack GIST C18 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm) P/N: 227-30017-08, 岛津 (上海) 实验室器材有限公司		
流动相 :	乙酸铵 + 甲醇 (30+70)	流速 :	1.0 mL/min
波长 :	280 nm	进样量 :	100 μL
洗脱模式 :	等度洗脱		

■ 样品前处理

2.1 标准溶液配制

校准曲线溶液：将二苯胺标准溶液使用流动相配制为 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.02 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.4 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的校准系列溶液。

2.2 水样的处理



■ 结果与讨论

3.1 标准样品色谱图

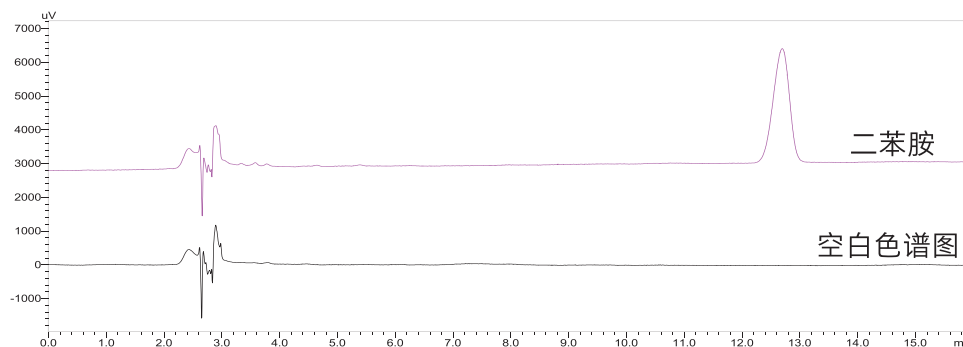


图1 二苯胺标准溶液 (0.1 $\mu\text{g/mL}$) 和空白色谱

从二苯胺标准样品和空白样品的谱图上看，二苯胺峰形正常，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 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 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 1。

结果显示，二苯胺在 0.01~2 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，线性相关系数 r 大于 0.999，线性良好，各点准确度在 85.1%~104.4% 之间，检出限为 0.003 $\mu\text{g/mL}$ ，定量限为 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 。

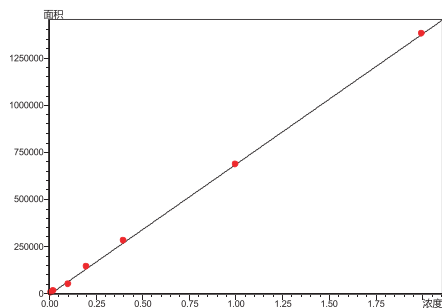


图 2 二苯胺校准曲线

表 1 校准曲线信息及检出限、定量限

化合物名称	二苯胺
线性方程	$y=689993x-3104.39$
相关系数 r	0.9998
准确度 (%)	85.1 ~104.4
检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	0.003
定量限 ($\mu\text{g/mL}$)	0.01

3.3 重复性测试

取加标浓度为 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 的自来水样品连续 6 次进样，考察仪器重复性，结果见表 2。

表 2 重复性结果 (n=6)

化合物		1	2	3	4	5	6	RSD(%)
二苯胺	保留时间	12.621	12.631	12.629	12.641	12.637	12.646	0.072
	峰面积	11500	11534	11301	11371	11393	11439	0.754

3.4 回收率测试

以空白样品水溶液进行加标回收实验，分别添加低中高三个浓度水平的二苯胺标准品溶液，按照 1.2 中条件进行测试，计算平均回收率。色谱图见图 3，空白基质中未检出二苯胺残留。

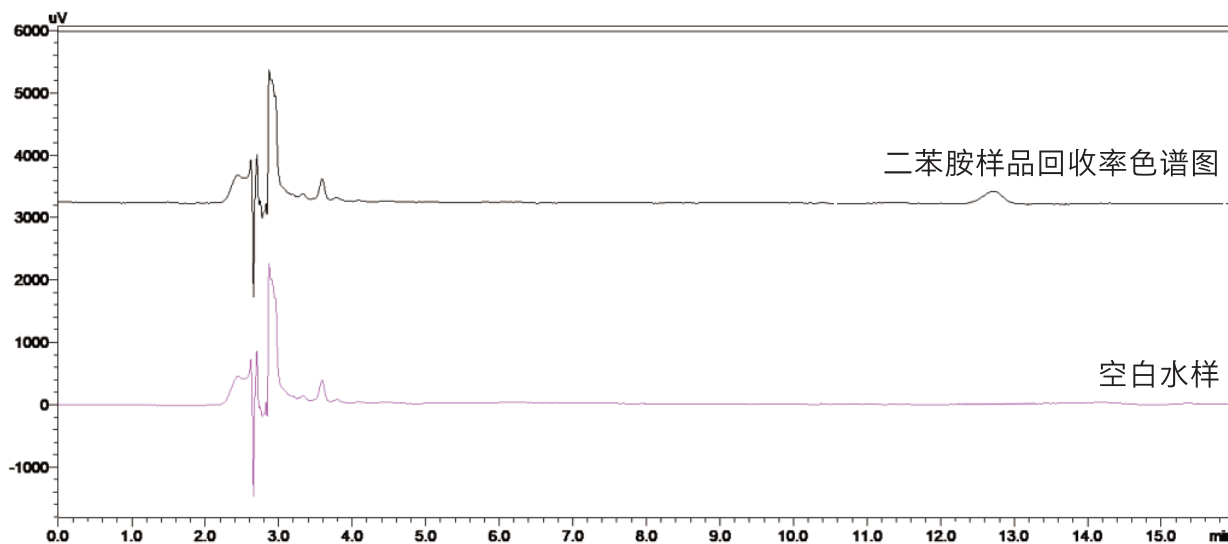


图 3 实验室空白水样和加标 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 回收率色谱图

表 3 加标回收率结果 (n=3)

名称	加标水平 (mg/L)	平均回收率%
二苯胺	0.01	100.0
	0.1	101.0
	2.0	99.9

■ 结论

采用岛津液相色谱仪 LC-16 建立了生活饮用水中二苯胺含量的检测方法。方法的线性范围、相关系数、重现性、加标回收率、检出限等指标全部满足 GB/T 5750.8-2023 的要求，该方法可为生活饮用水中二苯胺含量的测定提供参考。

岛津应用云

