

酰胺类化合物 分析报告

——湖州捷信检测有限公司

一、检测方法:

参考标准《HJ801-2016 环境空气和废气 酰胺类化合物的测定 液相色谱法》。

二、客户要求:

按标准条件进行实验, 确定甲酰胺是否可以满足标准检出限要求。

三、方法原理

试样用反相液相色谱分离, 紫外检测器检测, 根据色谱峰的保留时间定性, 面积归一法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈: 色谱纯

4.1.2 甲酰胺 (CH_3NO): 纯度 $\geq 99.0\%$

4.1.3 N,N-二甲基甲酰胺 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$): 纯度 $\geq 99.0\%$

4.1.4 N,N-二甲基乙酰胺 ($\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}$): 纯度 $\geq 99.0\%$

4.1.5 丙烯酰胺 ($\text{C}_3\text{H}_5\text{NO}$): 纯度 $\geq 99.0\%$

4.1.6 水: 纯净水。

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪: LC5090 液相色谱仪 (含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器)

五、实验

5.1 标准系列配置

5.1.1 酰胺类化合物标准贮备液: 准确称取 0.0350 g(精确至 ± 0.0001 g)甲酰胺 (3.2)、0.0136 g(精确至 ± 0.0001 g)N,N-二甲基甲酰胺 (5.3)、0.0308 g(精确至 ± 0.0001 g)N,N-二甲基乙酰胺 (5.4) 和 0.0154 g(精确至 ± 0.0001 g)丙烯酰胺 (5.5), 用水溶解后, 全量转入 10mL 容量瓶中, 用水稀释定容至刻度线, 摇匀, 配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 3500mg/L、1360mg/L、3080mg/L 和 1540mg/L 的酰胺类化合物混合标准储备液,

于 4℃ 以下冷藏、避光和密封可保存三个月，使用时应恢复至室温并摇匀。亦可购买市售有证标准物质。

5.1.2 酰胺类化合物标准使用液：

5.1.2.1 一级标准溶液

准确移取标准储备液 (5.1.1) 200 μ L 至 10 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 70.0 mg/L、27.2 mg/L、61.6 mg/L 和 30.8 mg/L 的酰胺类化合物混合标准溶液。

5.1.2.2 二级标准溶液

准确移取一级标准溶液 (5.1.2.1) 4 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 28.0mg/L、10.88mg/L、24.64mg/L 和 12.32mg/L 的酰胺类化合物混合标准溶液。

5.1.2.3 三级标准溶液

准确移取二级标准溶液 (5.1.2.2) 5 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 14.0mg/L、5.44mg/L、12.32mg/L 和 6.16mg/L 的酰胺类化合物混合标准溶液。

5.1.2.4 四级标准溶液

准确移取三级标准溶液 (5.1.2.3) 5 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 7.0mg/L、2.72mg/L、6.16mg/L 和 3.08mg/L 的酰胺类化合物混合标准溶液。

5.1.2.5 五级标准溶液

准确移取四级标准溶液 (5.1.2.4) 1 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 0.7mg/L、0.272mg/L、0.616mg/L 和 0.308mg/L 的酰胺类化合物混合标准溶液。

5.1.2.6 六级标准溶液

准确移取五级标准溶液 (5.1.2.5) 5 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺浓度分别为 0.35mg/L、0.136mg/L、0.308mg/L 和 0.154mg/L 的酰胺类化合物混合标准溶液。

六、仪器条件

a) 色谱柱:

①Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;

②Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;

b) 流动相: 水: 乙腈=97: 3;

c) 流速: 0.5 mL/min;

d) 检测器: 198nm;

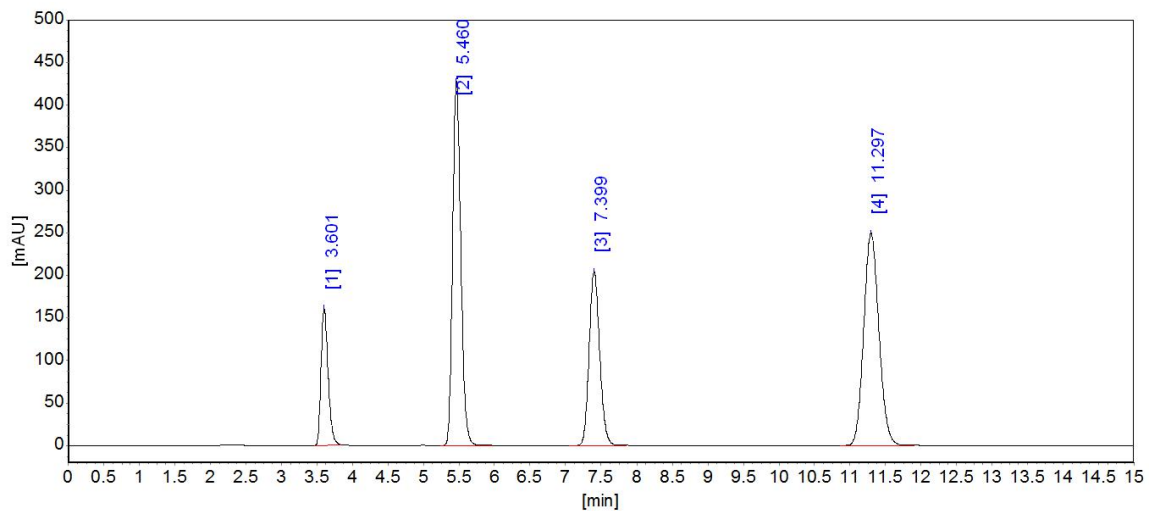
e) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;

g) 进样量: 5 μL 。

七、分析结果

7.1 Sunniest C18 150 mm*4.6 mm*5 μm 色谱柱

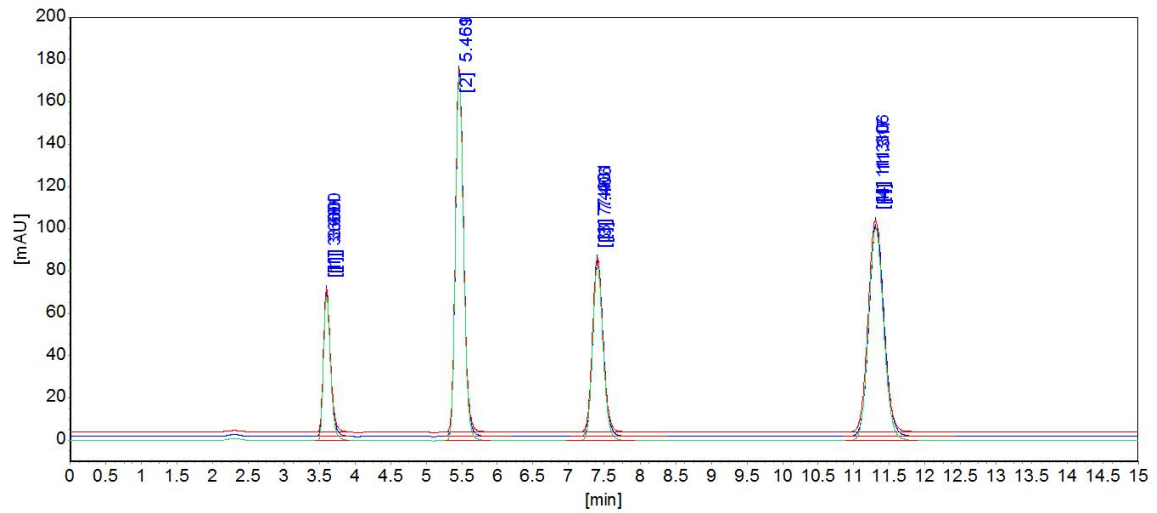
7.1.1 标样典型谱图及结果 (一级标准溶液)



1、甲酰胺 2、丙烯酰胺 3、N,N-二甲基甲酰胺 4、N,N-二甲基乙酰胺

序号	组分名	保留时间/min	峰面积/ (uAU*S)	峰高/uAU	拖尾因子	理论塔板数
1	甲酰胺	3.601	1114249.4	160893.9	1.293	6385
2	丙烯酰胺	5.46	3451920.3	428100.7	1.203	10855
3	N,N-二甲基甲酰胺	7.399	2109338.8	204971.7	1.141	12132
4	N,N-二甲基乙酰胺	11.297	3707807.4	249570.8	1.110	13435

7.1.2 标样重复性谱图及结果 (二级标准溶液)



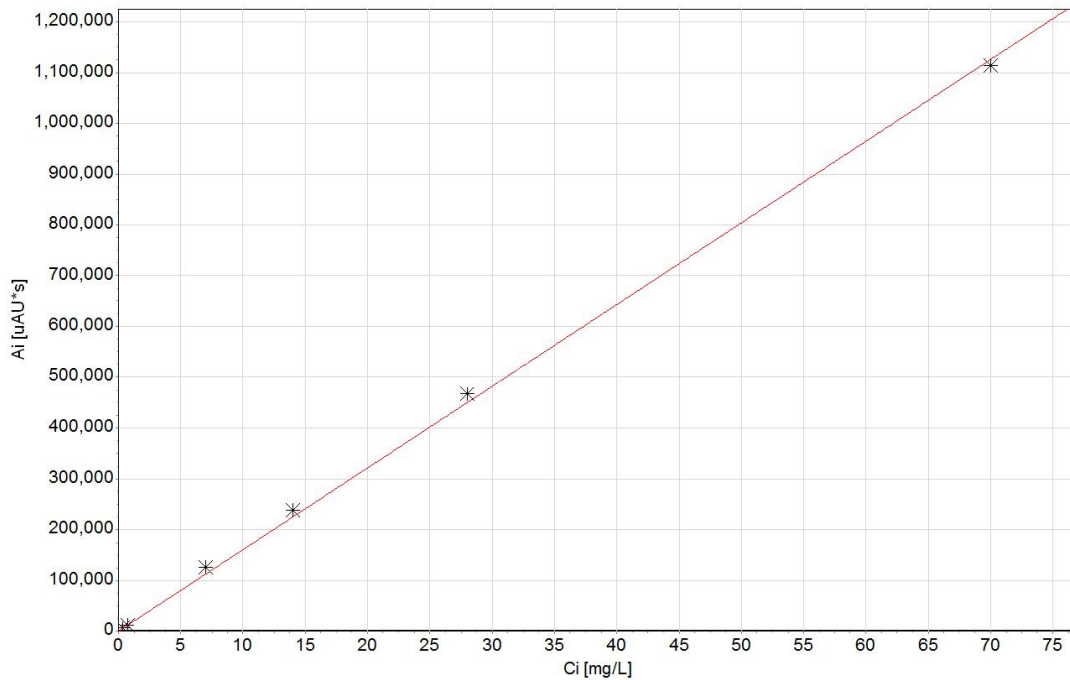
峰序	组分名	保留时间平均值/min	保留时间 RSD/%	面积平均值/uAU*s	面积 RSD/%	峰高平均值/uAU	峰高 RSD/%
1	甲酰胺	3.600	0.019	466916.5	0.313	67982.8	0.247
2	丙烯酰胺	5.460	0.021	1387176.2	0.324	172061.1	0.273
3	N,N-二甲基甲酰胺	7.403	0.036	848861.0	0.262	82232.9	0.233
4	N,N-二甲基乙酰胺	11.311	0.050	1489584.6	0.297	100228.0	0.214

7.1.3 校正曲线

标准曲线的绘制: 分别进样浓度 (以甲酰胺计) 为 0.35 mg/L、0.7 mg/L、7.0 mg/L、14.0 mg/L、28.0 mg/L、70.0mg/L 的标准系列各 5 μ L, 进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标, 以目标物的含量为横坐标, 绘制标准曲线。

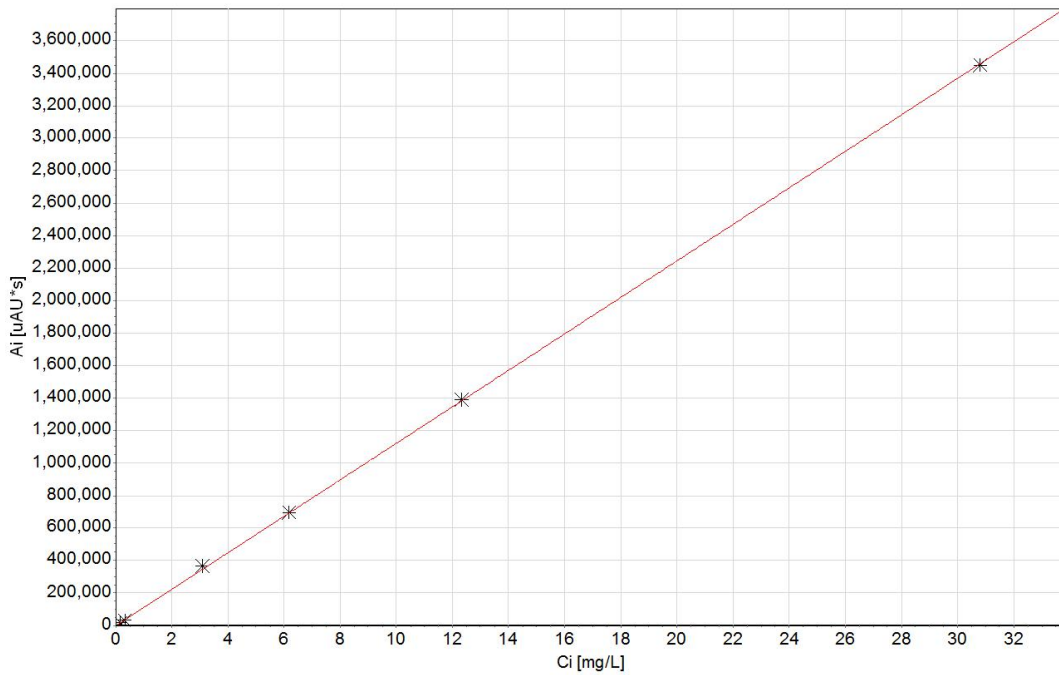
组分[甲酰胺]: 曲线方程: $C_i = 6.21755E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=6.21755E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99921$



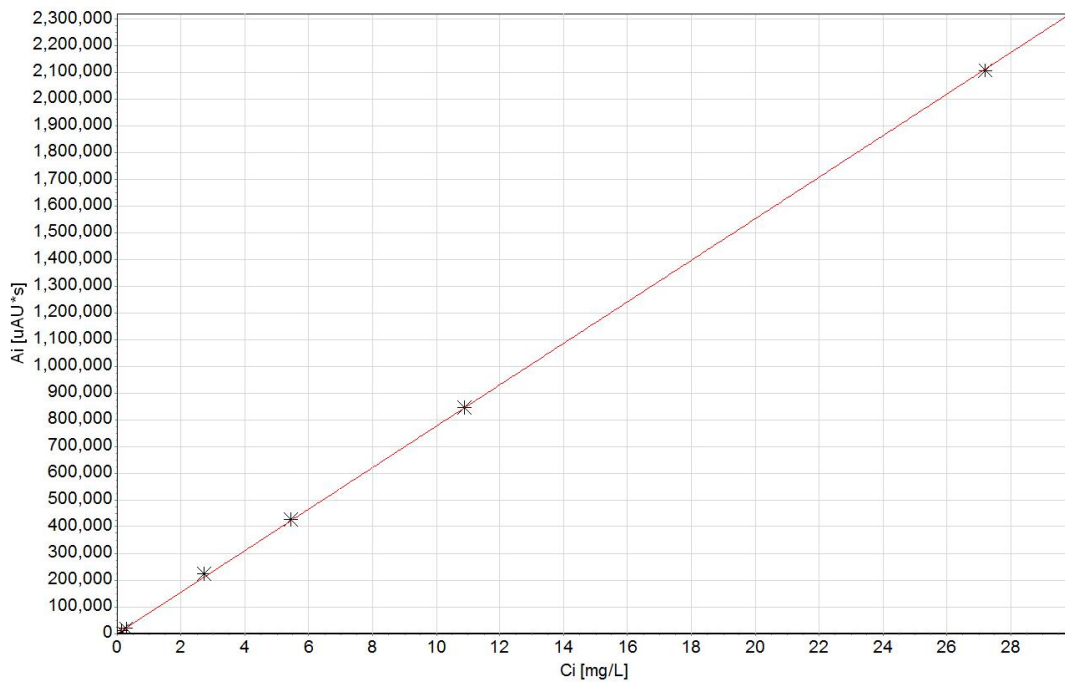
组分[丙烯酰胺]: 曲线方程: $C_i = 8.90724E-006 * A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=8.90724E-006$ 相关系数: $r^2 = 0.99994$



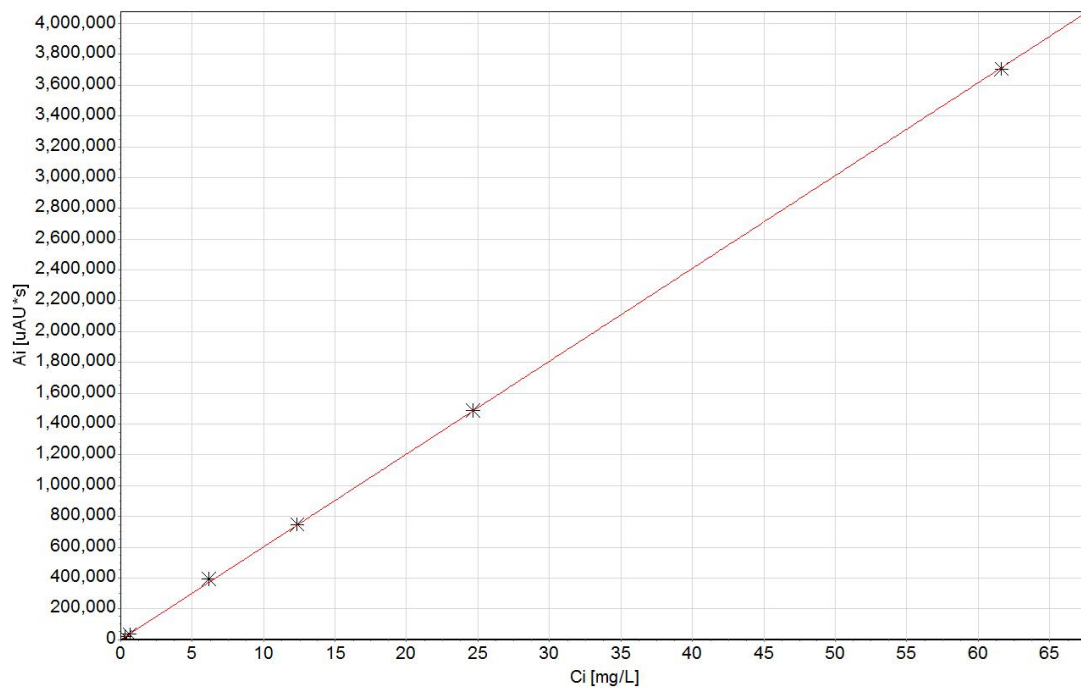
组分[N,N-二甲基甲酰胺]: 曲线方程: $C_i = 1.28736E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=1.28736E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99994$



组分[N,N-二甲基乙酰胺]: 曲线方程: $C_i = 1.65879E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=1.65879E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99994$



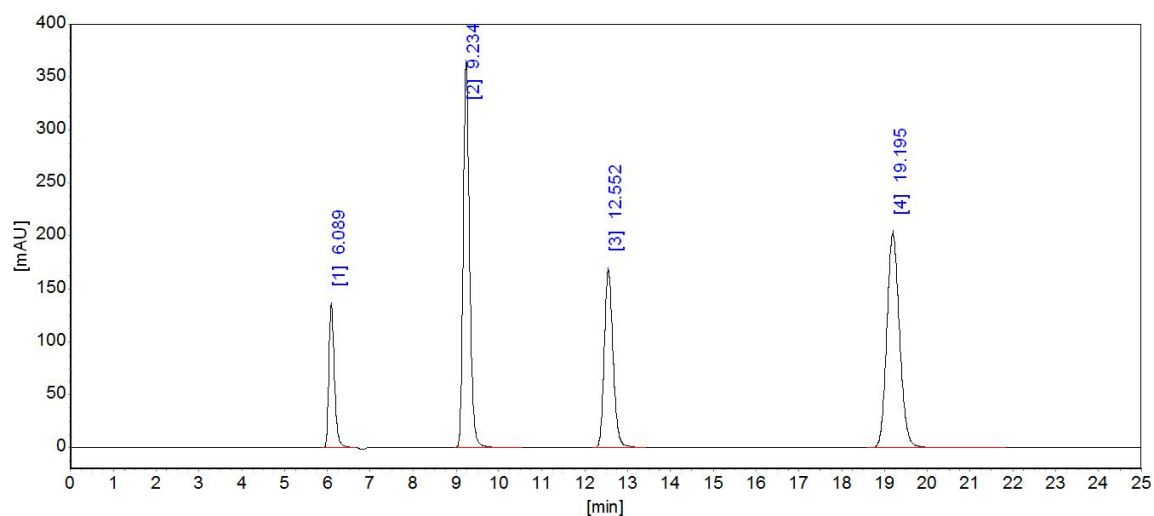
7.1.4 检出限

峰序	平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	方法检出限/ mg/m ³	标准要求检出限/ mg/m ³
1	甲酰胺	0.7306	0.7332	0.7303	0.7292	0.7353	0.7305	0.7467	0.0064	0.03
2	丙烯酰胺	0.3071	0.3092	0.3076	0.3062	0.3068	0.3078	0.3079	0.0010	0.02
3	N,N-二甲基甲酰胺	0.2693	0.2865	0.2667	0.2725	0.2704	0.2770	0.2748	0.0068	0.02
4	N,N-二甲基乙酰胺	0.6095	0.6034	0.6125	0.6129	0.6126	0.6178	0.6130	0.0046	0.03

注: 空气采样体积为 30 L (标准状态下), 定容体积为 10 mL。

7.2 Sunniest C18 250 mm*4.6 mm*5 um 色谱柱

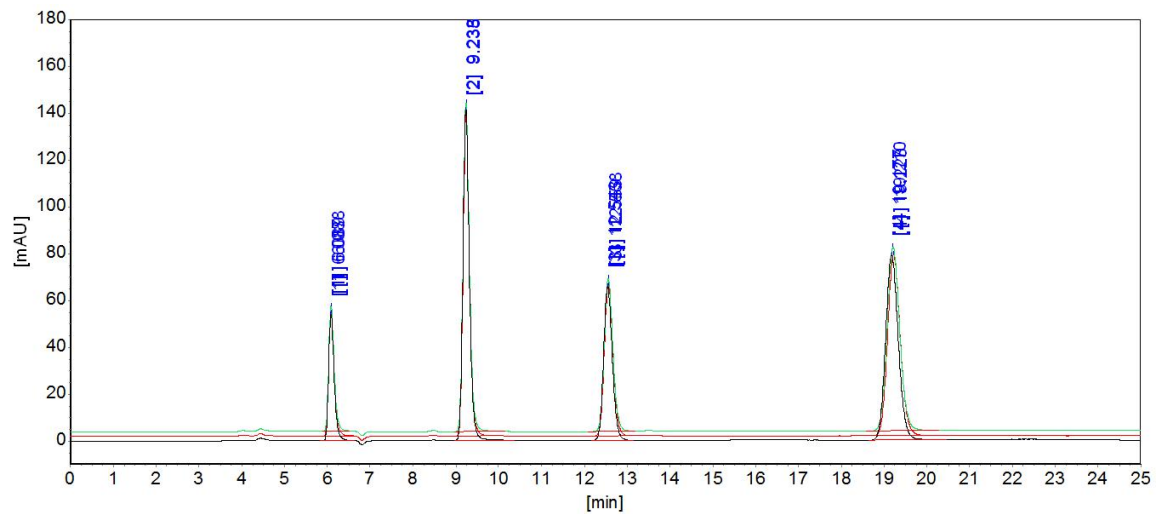
7.2.1 标样典型谱图及结果 (一级标准溶液)



1、甲酰胺 2、丙烯酰胺 3、N,N-二甲基甲酰胺 4、N,N-二甲基乙酰胺

序号	组分名	保留时间/min	峰面积/ (uAU*S)	峰高/uAU	拖尾因子	理论塔板数
1	甲酰胺	6.089	1218562.1	134665.8	1.324	11099
2	丙烯酰胺	9.234	3888862.8	363947.5	1.216	18028
3	N,N-二甲基甲酰胺	12.552	2377755.3	167795.3	1.181	18800
4	N,N-二甲基乙酰胺	19.195	4167602.1	202141.3	1.135	20456

7.2.2 标样重复性谱图及结果 (二级标准溶液)



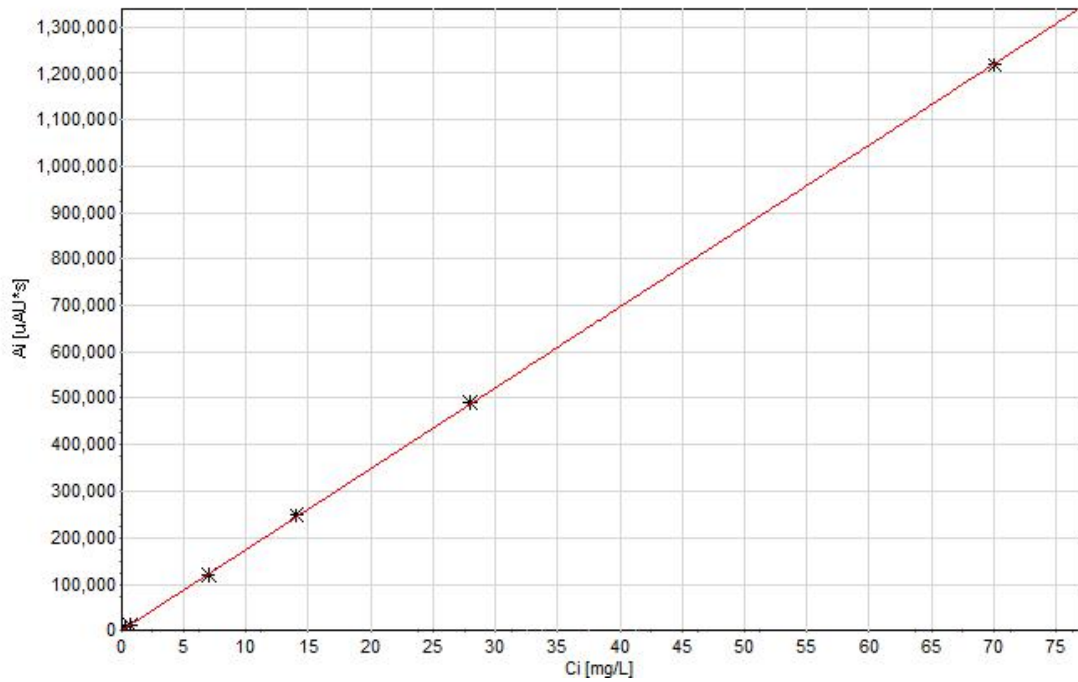
峰序	组分名	保留时间平均值/min	保留时间 RSD/%	面积平均值/uAU*s	面积 RSD/%	峰高平均值/uAU	峰高 RSD/%
1	甲酰胺	6.088	0.017	481697.0	0.836	53375.2	0.816
2	丙烯酰胺	9.236	0.028	1510640.8	1.092	139920.1	1.069
3	N,N-二甲基甲酰胺	12.553	0.072	926441.8	0.786	65203.0	0.991
4	N,N-二甲基乙酰胺	19.203	0.122	1618420.1	0.747	78251.5	1.005

7.2.3 校正曲线

标准曲线的绘制: 分别进样浓度 (以甲酰胺计) 为 0.35 mg/L、0.7 mg/L、7.0 mg/L、14.0 mg/L、28.0 mg/L、70.0mg/L 的标准系列各 5 μ L, 进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标, 以目标物的含量为横坐标, 绘制标准曲线。

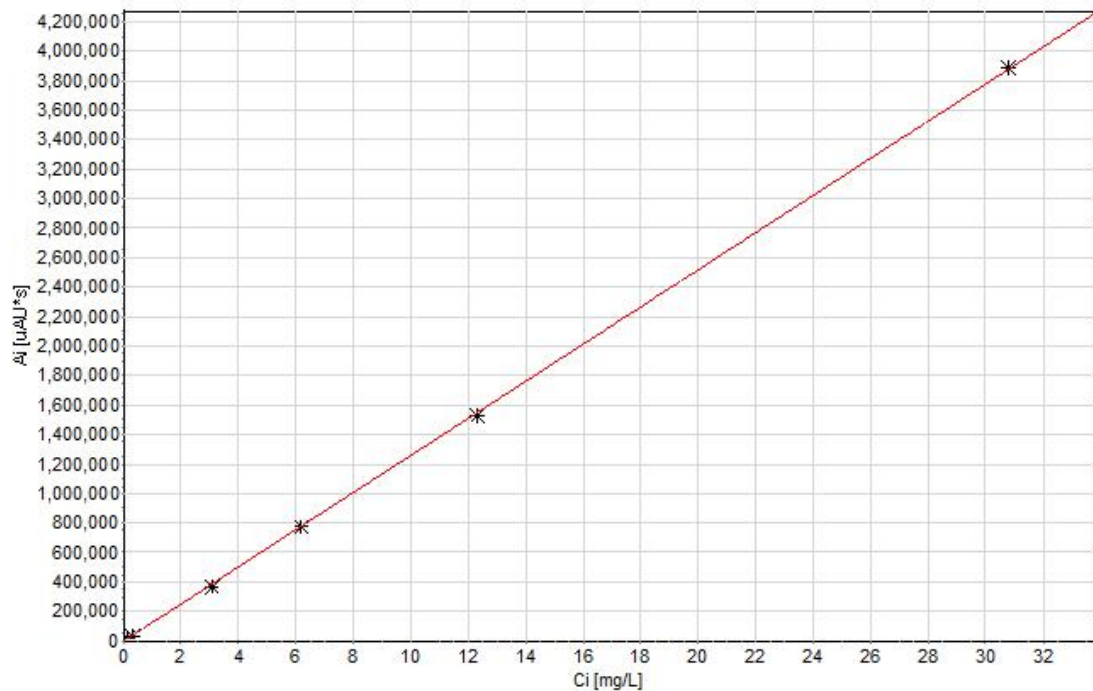
组分[甲酰胺]: 曲线方程: $C_i = 5.73547E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0, f_1=5.73547E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99996$



组分[丙烯酸胺]: 曲线方程: $C_i = 7.94238E-006 * A_i$

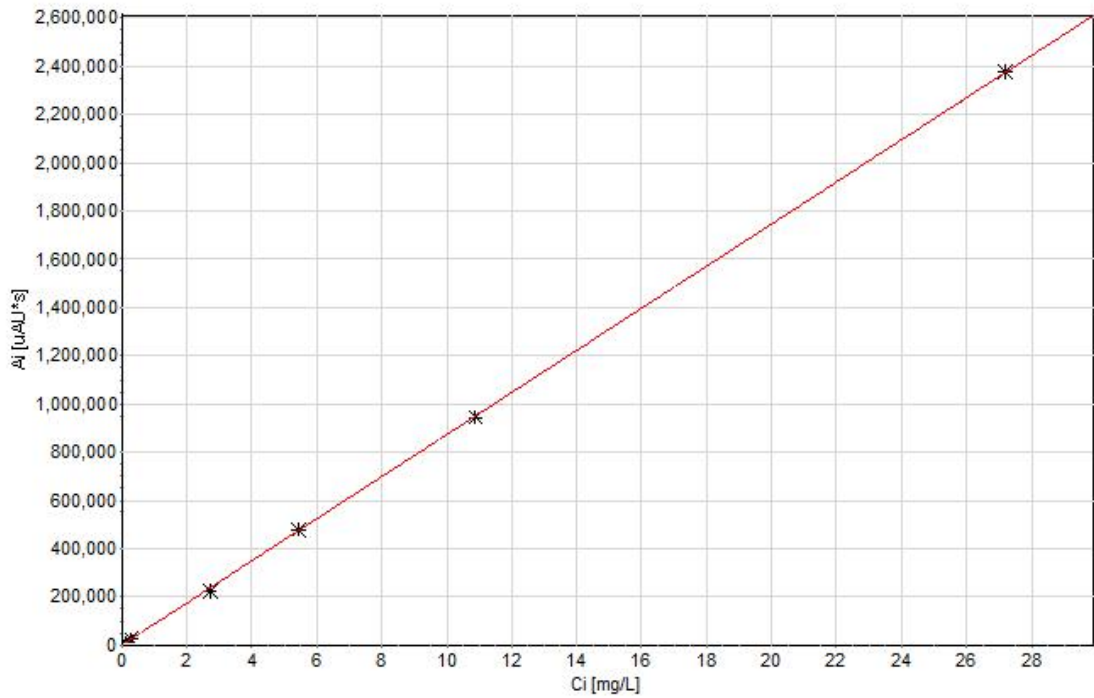
校正因子: $f_0=0, f_1=7.94238E-006$ 相关系数: $r^2 = 0.99992$





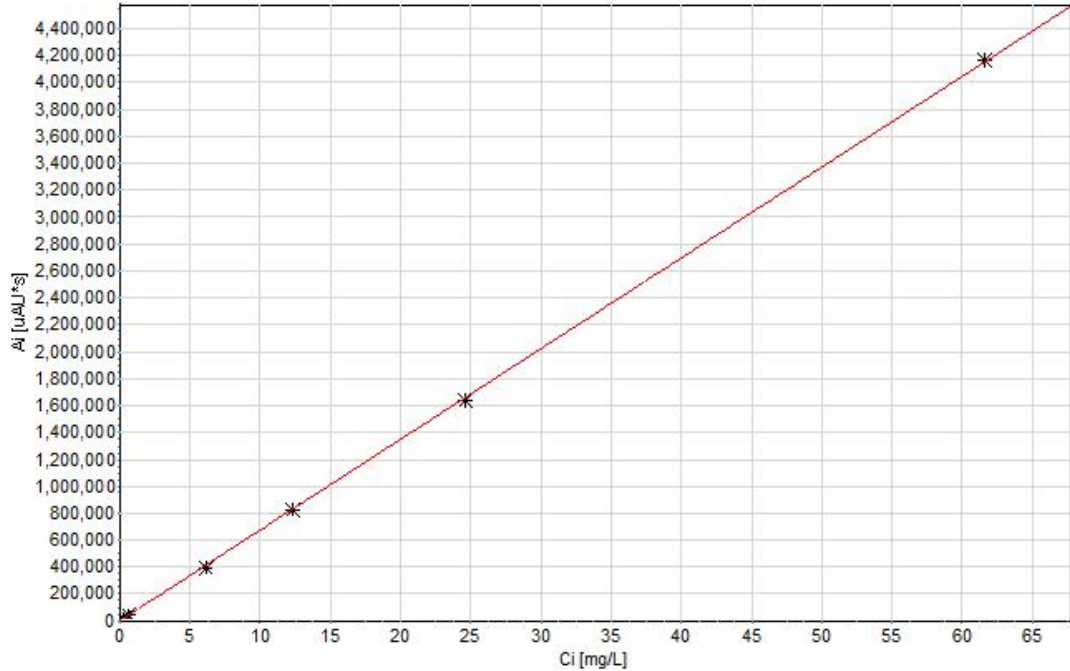
组分[N, N-二甲基甲酰胺]: 曲线方程: $C_i = 1.14573E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0, f_1=1.14573E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99993$



组分[N, N-二甲基乙酰胺]: 曲线方程: $C_i = 1.48281E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0, f_1=1.48281E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99990$



7.2.4 检出限

峰序	平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	方法检出限/ mg/m ³	标准要求检出限/ mg/m ³
1	甲酰胺	0.6946	0.7299	0.6859	0.7028	0.7002	0.6878	0.6618	0.022	0.03
2	丙烯酰胺	0.2959	0.3026	0.2940	0.2916	0.2991	0.2918	0.3024	0.0049	0.02
3	N,N-二甲基甲酰胺	0.2563	0.2621	0.2550	0.2543	0.2582	0.2572	0.2719	0.0064	0.02
4	N,N-二甲基乙酰胺	0.6007	0.6069	0.5905	0.5767	0.6214	0.5672	0.5746	0.021	0.03

注: 空气采样体积为 30 L (标准状态下), 定容体积为 10 mL。

八、实验结果

150mm 和 250mm 柱长的色谱柱数据汇总如下:

组分名	250mm				150mm			
	保留时间 RSD/%	峰面积 RSD/%	检出限	相关系数	保留时间 RSD/%	峰面积 RSD/%	检出限	相关系数
甲酰胺	0.019	0.31	0.0064	0.999	0.017	0.84	0.022	0.999
丙烯酰胺	0.021	0.32	0.0010	0.999	0.028	1.09	0.0049	0.999
N,N-二甲基甲酰胺	0.036	0.26	0.0068	0.999	0.072	0.79	0.0064	0.999
N,N-二甲基乙酰胺	0.050	0.30	0.0046	0.999	0.122	0.75	0.021	0.999

说明:

本实验采用 Sunniest C18 150mm 和 250mm 两款色谱柱进行实验, 发现两款色谱柱检出限、线性都能满足标准的要求。但采用 250mm 柱长的色谱柱检出限方面没有 150mm 的好。以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系。