

醛、酮类化合物在 LC5090 上的性能测试报告

一、参考标准

参照环境保护标准《HJ997-2018 土壤和沉积物 醛、酮类化合物的测定 高效液相色谱法》

二、方法介绍

通过醛、酮类-DNPH 标准溶液，考察 LC5090 系统灵敏度、重复性、线性等指标。

三、试剂和材料

3.1 试剂

3.1.1 标准溶液：醛、酮类-DNPH 标准溶液：15 µg/mL

3.1.2 水：纯净水

3.1.3 纯乙腈：色谱纯

3.2 仪器设备

3.2.1 LC5090 型高效液相色谱系统，包括二元高压输液泵单元、紫外-可见检测器、自动进样器单元、柱温箱单元等

3.2.2 Sunshell C18/5.0 µm, 4.6 mmID*250 mm (核壳)

四、溶液配制

4.1 标准溶液配制

分别移取适量的醛、酮类-DNPH 标准溶液 (3.1.1)，用乙腈配制成质量浓度为 0.015ug/mL、0.03ug/mL、0.06ug/mL、0.15ug/mL、0.3ug/mL、0.75ug/mL、1.5ug/mL 的标准系列溶液。

五、仪器条件

a) 色谱柱: SunShell C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 µm

b) 流动相: 乙腈:水=60:40

c) 流速: 1.0 mL/min

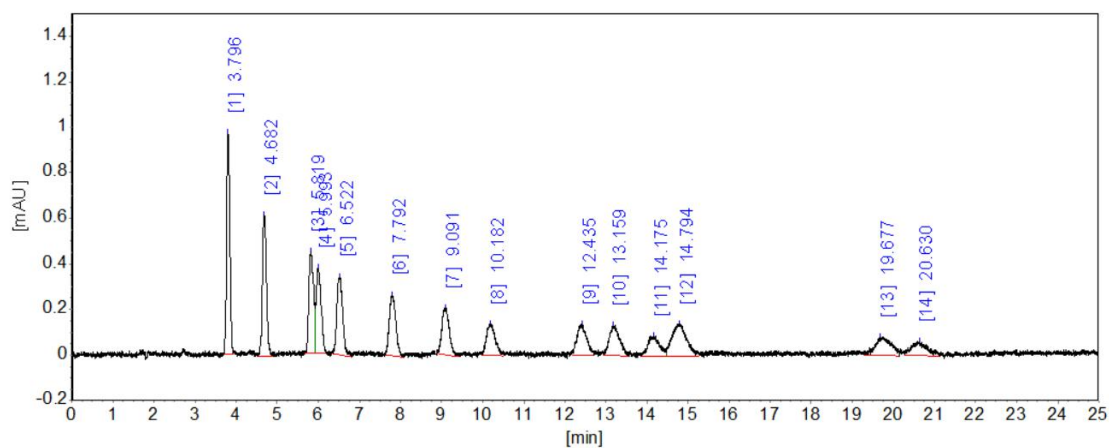
d) 检测器: UV 280 nm

e) 柱温: 35 °C f) 进样量: 10µL

六、核壳色谱柱测试结果

6.1 灵敏度试验

6.1.1 检出限的图谱 (0.015ug/mL)



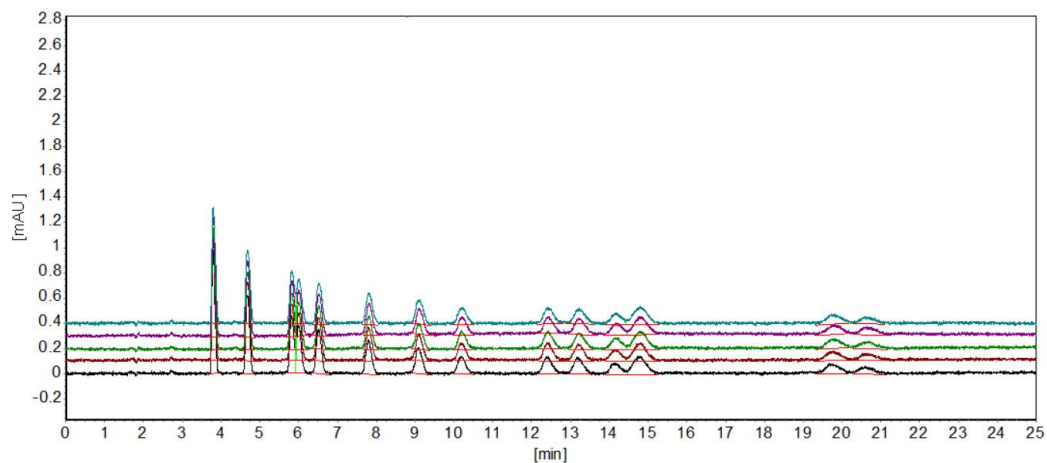
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	甲醛-DNPH	3.796	975.1	5601.9
2	乙醛-DNPH	4.682	619.3	4445.2
3	丙烯醛-DNPH	5.819	451.7	3504.0
4	丙酮-DNPH	5.993	375.3	3251.4
5	丙醛-DNPH	6.522	347.5	3389.8
6	丁烯醛-DNPH	7.792	271.7	2940.2
7	丁醛-DNPH	9.091	209.9	2580.3
8	苯甲醛-DNPH	10.182	142.2	2105.1
9	异戊醛-DNPH	12.435	138.9	2160.9
10	正戊醛-DNPH	13.159	132.4	2306.8
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.175	90.4	1743.5
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.794	143.5	3459.0
13	正己醛-DNPH	19.677	84.5	2161.9
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.630	61.8	1586.0
			4044.2	41235.9

图 1. 检出限的图谱及数据

工作站得到基线噪声为 26 μ AU。以 2,5-二甲基苯甲醛 (峰 14) 的峰高为 61.8 μ AU 计, 按照 3 倍的噪音计算检出限浓度为 0.0189 μ g/mL。

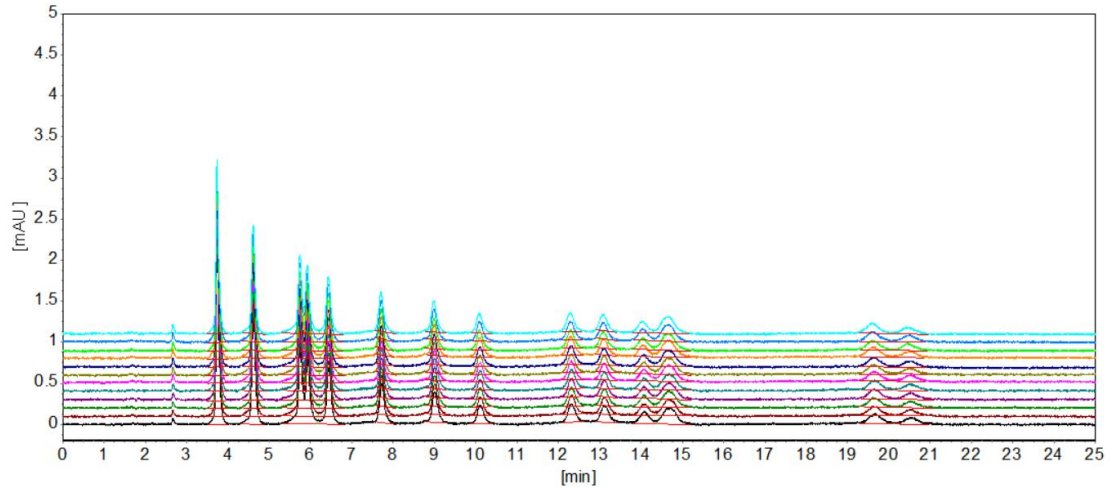
6.1.2 检出限连续进样的图谱



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	甲醛-DNPH	3.799	0.063	5652.8	0.912	956.8	2.644
2	乙醛-DNPH	4.682	0.079	4448.1	1.510	609.8	2.609
3	丙烯醛-DNPH	5.820	0.081	3586.0	1.773	440.2	3.113
4	丙酮-DNPH	6.004	0.173	3293.4	3.383	368.6	3.049
5	丙醛-DNPH	6.523	0.098	3277.2	2.634	338.9	2.693
6	丁烯醛-DNPH	7.799	0.131	2964.2	2.055	263.0	2.516
7	丁醛-DNPH	9.105	0.123	2692.3	3.579	208.6	3.820
8	苯甲醛-DNPH	10.195	0.149	2082.8	4.647	143.9	4.136
9	异戊醛-DNPH	12.425	0.101	2311.8	5.678	137.9	2.830
10	正戊醛-DNPH	13.212	0.264	2434.5	4.875	131.7	4.324
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.163	0.161	1786.1	3.451	93.9	3.173
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.809	0.147	3546.2	2.652	145.9	1.928
13	正己醛-DNPH	19.739	0.241	2028.4	4.531	81.0	2.922
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.647	0.281	1607.3	8.197	61.5	4.920

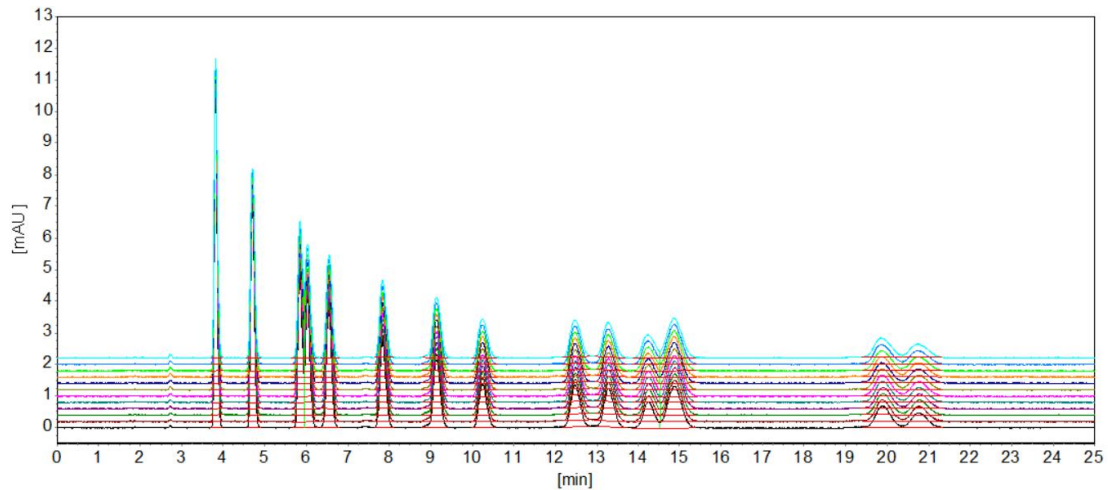
图 2. 检出限连续进样的谱图及重复性数据 (N=5)

6.2 重复性试验数据



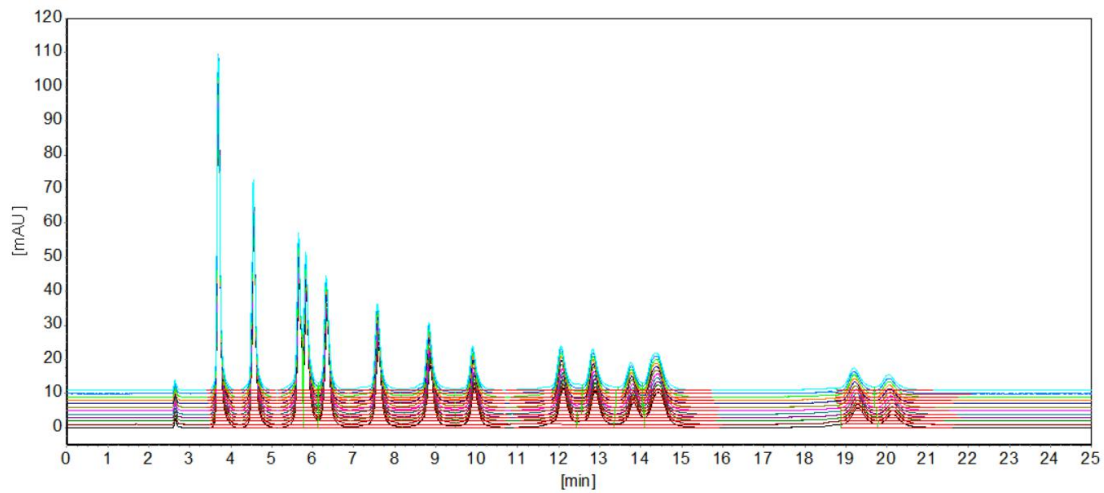
峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	甲醛-DNPH	3.742	0.051	11035.0	0.945	2117.3	0.393
2	乙醛-DNPH	4.617	0.065	8343.1	0.781	1300.1	0.801
3	丙烯醛-DNPH	5.748	0.076	13700.5	1.510	951.6	0.842
4	丙酮-DNPH	6.439	0.077	5998.7	1.723	692.6	1.059
5	丁烯醛-DNPH	7.714	0.083	4140.6	1.795	476.5	0.836
6	丁醛-DNPH	9.001	0.102	3806.7	1.257	376.6	0.971
7	苯甲醛-DNPH	10.102	0.102	2762.7	1.981	240.4	1.689
8	异戊醛-DNPH	12.309	0.133	2973.3	3.069	230.2	2.176
9	正戊醛-DNPH	13.102	0.142	2797.4	3.101	205.5	1.950
10	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.049	0.130	2316.6	5.809	146.2	2.892
11	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.664	0.170	4875.5	2.515	206.1	1.499
12	正己醛-DNPH	19.626	0.137	2667.9	3.002	123.2	3.962
13	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.506	0.180	1923.5	7.692	85.1	3.831

图 3. 浓度为 0.03 µg/mL 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=12)



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	甲醛-DNPH	3.817	0.028	56376.3	0.210	10110.9	4.094
2	乙醛-DNPH	4.705	0.030	42781.3	0.325	6370.6	4.003
3	丙烯醛-DNPH	5.852	0.029	35828.9	0.473	4625.6	4.095
4	丙酮-DNPH	6.032	0.036	32599.4	0.724	3843.5	4.058
5	丙醛-DNPH	6.550	0.037	31693.0	0.404	3480.6	4.053
6	丁烯醛-DNPH	7.840	0.042	27444.9	0.288	2598.9	4.160
7	丁醛-DNPH	9.140	0.055	25682.0	0.350	2029.4	4.045
8	苯甲醛-DNPH	10.245	0.038	18683.1	0.758	1324.6	3.896
9	异戊醛-DNPH	12.479	0.050	20520.3	0.615	1246.5	3.948
10	正戊醛-DNPH	13.282	0.070	20783.9	0.748	1160.5	3.942
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.241	0.048	15417.8	0.936	787.6	3.800
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.871	0.064	31777.4	0.671	1294.5	1.645
13	正己醛-DNPH	19.877	0.075	17493.2	0.719	648.9	3.648
14	2, 5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.752	0.082	12856.5	1.141	452.9	4.037

图 4. 浓度为 0.15 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=12)

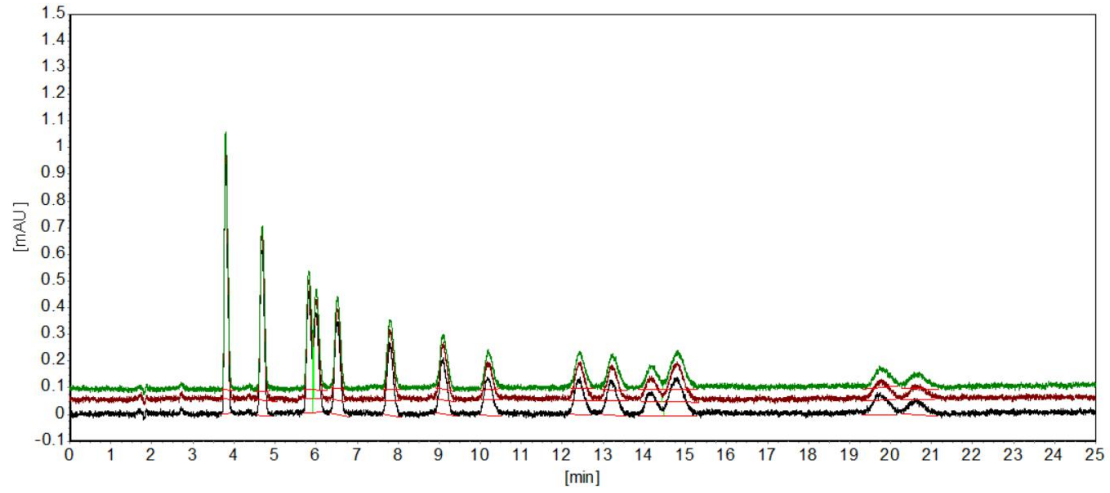


峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	甲醛-DNPH	6.607	0.025	277844.5	0.352	37337.5	0.735
2	乙醛-DNPH	8.241	0.025	223402.5	0.432	24569.6	0.996
3	丙烯醛-DNPH	10.116	0.023	195533.5	0.505	17774.6	1.189
4	丙酮-DNPH	10.567	0.024	166188.4	0.496	14472.9	1.152
5	丙醛-DNPH	11.164	0.023	167157.5	0.456	13295.5	1.136
6	丁烯醛-DNPH	13.494	0.027	145999.1	0.588	9699.8	1.304
7	丁醛-DNPH	14.884	0.025	137350.1	0.595	8176.6	1.301
8	苯甲醛-DNPH	17.766	0.027	96800.9	0.555	4972.0	1.423
9	异戊醛-DNPH	19.217	0.022	114038.3	0.657	5419.7	1.423
10	正戊醛-DNPH	20.518	0.023	114463.2	0.538	4984.2	1.454
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	23.709	0.027	79748.8	0.452	3064.5	1.463
12	间-甲基苯甲醛-DNPH	24.513	0.030	83014.1	0.516	3125.7	1.260
13	对-甲基苯甲醛-DNPH	25.011	0.037	81283.9	0.813	2965.7	1.353
14	正己醛-DNPH	28.924	0.027	89911.6	0.643	2892.5	1.538
15	2, 5-二甲基苯甲醛-DNPH	32.868	0.022	68808.4	0.682	1865.6	1.581

图 5. 浓度为 0.75 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=12)

6.3 线性试验

6.3.1 各个浓度点的平行数据



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	甲醛-DNPH	3.797	0.027	5630.4	0.789	973.0	0.555
2	乙醛-DNPH	4.684	0.085	4467.8	1.157	620.7	0.255
3	丙烯醛-DNPH	5.818	0.076	3591.5	2.186	448.9	0.586
4	丙酮-DNPH	6.004	0.169	3273.2	4.426	375.3	0.839
5	丙醛-DNPH	6.520	0.056	3256.9	3.549	345.0	0.630
6	丁烯醛-DNPH	7.792	0.015	2929.3	0.592	266.9	1.945
7	丁醛-DNPH	9.103	0.134	2647.2	2.799	211.7	2.636
8	苯甲醛-DNPH	10.184	0.020	2025.5	3.497	145.0	2.047
9	异戊醛-DNPH	12.427	0.128	2317.2	7.275	140.5	1.343
10	正戊醛-DNPH	13.200	0.320	2408.7	4.191	134.6	1.958
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.158	0.217	1761.0	0.860	92.9	3.226
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.800	0.062	3519.9	2.742	146.9	2.351
13	正己醛-DNPH	19.729	0.250	2029.8	5.640	81.4	3.298
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.676	0.219	1614.3	7.496	61.0	3.531

图 6. 浓度为 0.015 µg/mL 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=3)

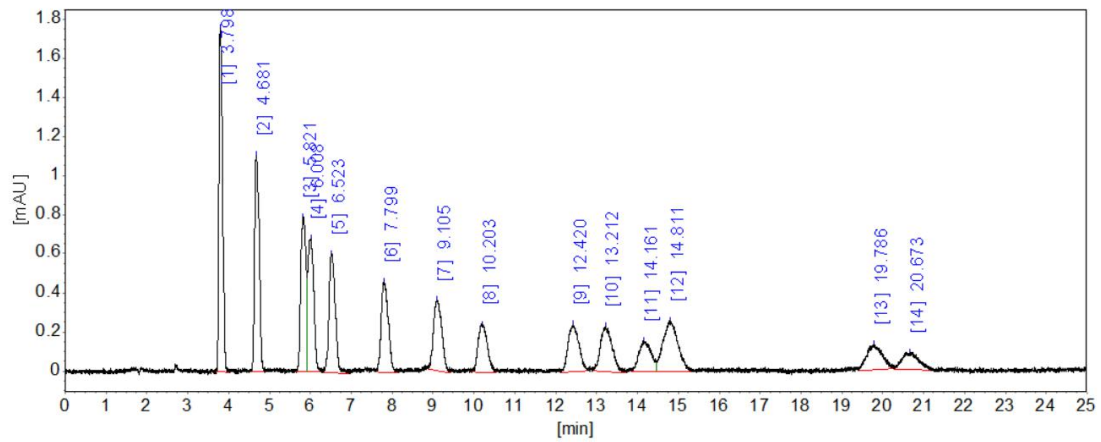


图 7. 浓度为 0.03 µg/mL 的典型谱图

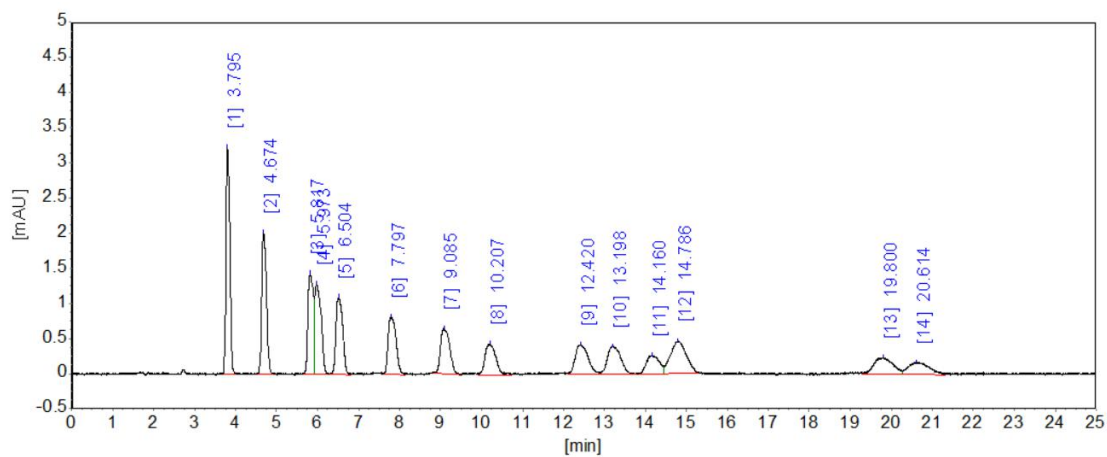
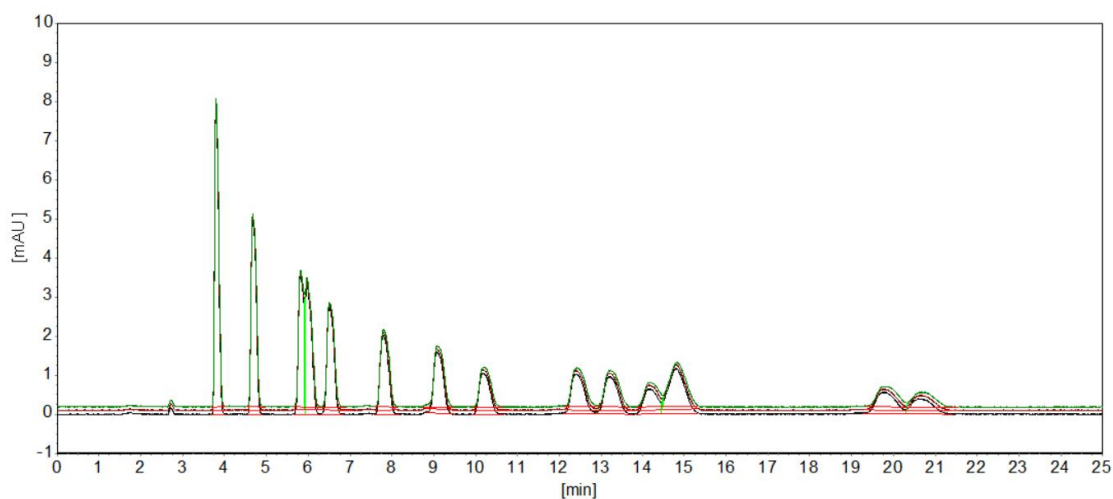
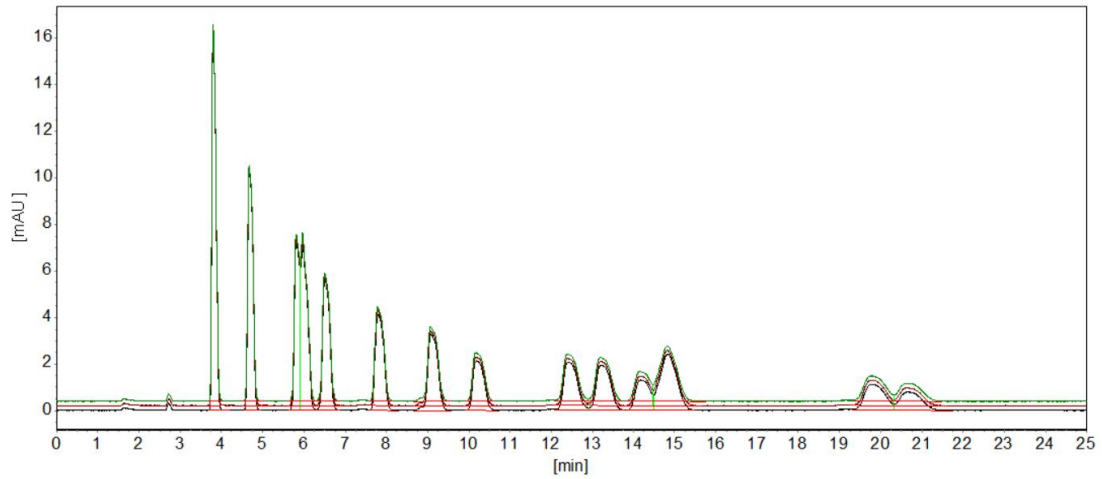


图 8. 浓度为 0.06 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的典型谱图



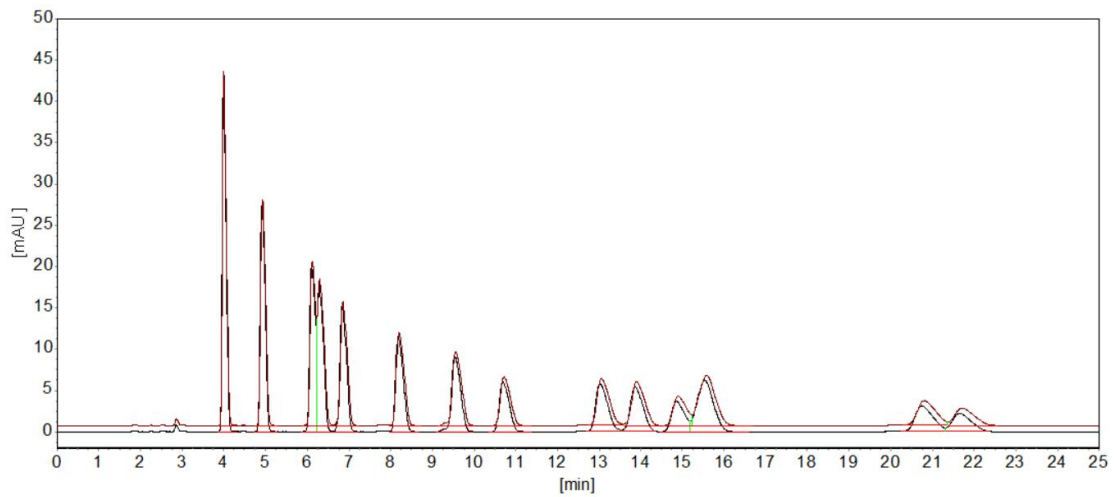
峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	甲醛-DNPH	3.795	0.045	55794.7	0.184	7970.3	0.829
2	乙醛-DNPH	4.676	0.088	42637.1	0.400	4971.7	0.801
3	丙烯醛-DNPH	5.813	0.063	32029.4	1.568	3527.8	0.832
4	丙酮-DNPH	5.970	0.015	36100.9	1.372	3303.5	0.503
5	丙醛-DNPH	6.504	0.021	31795.7	0.347	2696.5	0.887
6	丁烯醛-DNPH	7.788	0.075	27730.9	0.356	2002.6	1.089
7	丁醛-DNPH	9.078	0.022	25370.6	3.125	1558.7	0.445
8	苯甲醛-DNPH	10.192	0.064	19110.4	0.774	1045.6	1.042
9	异戊醛-DNPH	12.414	0.139	21953.0	0.703	1003.9	1.157
10	正戊醛-DNPH	13.208	0.046	21968.8	0.818	949.6	1.421
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.164	0.177	14795.3	1.379	632.8	1.118
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.797	0.131	31273.3	1.515	1146.1	1.250
13	正己醛-DNPH	19.767	0.109	17897.9	0.132	541.4	1.921
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.641	0.085	13970.0	1.965	392.6	0.297

图 9. 浓度为 0.15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=3)



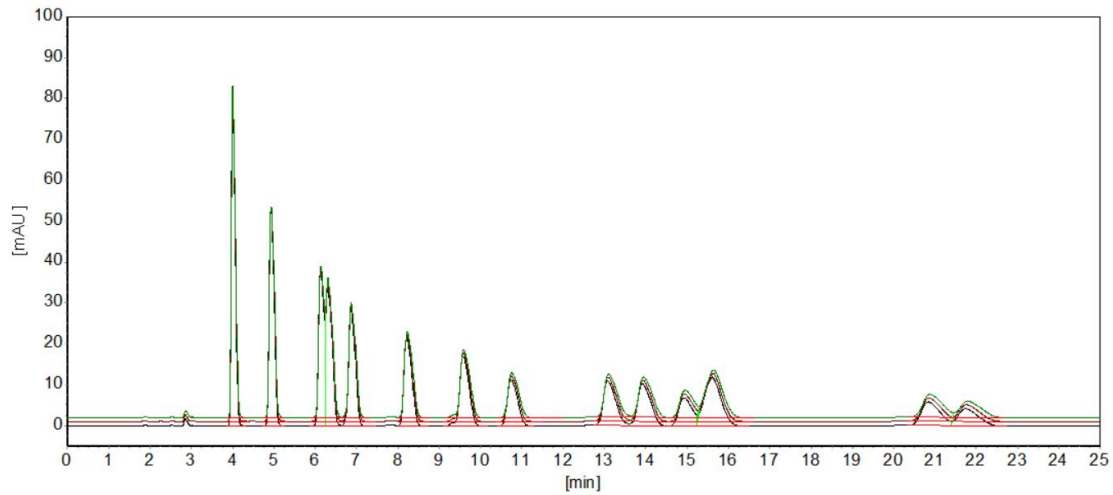
峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	甲醛-DNPH	3.795	0.031	118150.9	0.263	16359.0	1.068
2	乙醛-DNPH	4.676	0.044	90426.1	0.133	10210.4	0.890
3	丙烯醛-DNPH	5.813	0.026	63293.9	2.074	7248.0	0.928
4	丙酮-DNPH	5.967	0.039	81352.7	1.335	7164.9	0.887
5	丙醛-DNPH	6.506	0.006	67181.7	0.271	5531.7	0.919
6	丁烯醛-DNPH	7.788	0.071	58630.9	0.406	4079.0	0.927
7	丁醛-DNPH	9.081	0.030	55683.5	0.383	3234.7	0.917
8	苯甲醛-DNPH	10.180	0.067	39718.7	0.586	2113.5	0.868
9	异戊醛-DNPH	12.400	0.025	46172.6	0.220	2028.1	1.131
10	正戊醛-DNPH	13.209	0.179	46006.1	0.250	1904.0	1.104
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.157	0.073	30601.7	1.819	1266.8	1.921
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	14.826	0.023	66399.8	3.434	2355.5	2.486
13	正己醛-DNPH	19.765	0.064	37460.7	0.561	1087.5	1.402
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	20.649	0.014	29075.2	0.032	774.7	1.320

图 10. 浓度为 0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=3)



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	甲醛-DNPH	3.992	0.112	290304.0	0.375	43341.6	1.169
2	乙醛-DNPH	4.918	0.139	226306.4	0.359	27671.0	1.204
3	丙烯醛-DNPH	6.114	0.166	176304.8	1.528	20064.3	1.228
4	丙醛-DNPH	6.293	0.150	188010.7	0.905	17772.8	0.411
5	丙酮-DNPH	6.844	0.141	168663.3	0.262	15199.0	1.282
6	丁烯醛-DNPH	8.191	0.150	148018.8	0.144	11440.3	1.390
7	丁醛-DNPH	9.548	0.165	138794.1	0.391	9028.8	1.338
8	苯甲醛-DNPH	10.702	0.178	99989.5	0.436	5990.2	1.594
9	异戊醛-DNPH	13.041	0.177	114717.3	0.011	5730.8	1.359
10	正戊醛-DNPH	13.880	0.197	114115.3	0.219	5379.9	1.434
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.872	0.208	79743.2	0.796	3648.9	1.723
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	15.565	0.212	172214.3	0.247	6211.8	1.352
13	正己醛-DNPH	20.769	0.151	92074.4	0.034	3035.9	1.668
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	21.671	0.207	70353.9	1.722	2164.4	1.039

图 10. 浓度为 0.75 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=2)



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	甲醛-DNPH	4.001	0.054	567393.7	0.038	82094.1	1.138
2	乙醛-DNPH	4.932	0.058	440148.7	0.085	52065.5	1.101
3	丙烯醛-DNPH	6.132	0.057	333308.0	1.393	37608.2	1.240
4	丙醛-DNPH	6.310	0.048	375274.4	1.340	34174.5	0.150
5	丙酮-DNPH	6.865	0.073	328130.8	0.082	28501.6	1.309
6	丁烯醛-DNPH	8.218	0.086	287634.5	0.074	21362.8	1.389
7	丁醛-DNPH	9.582	0.071	268997.2	0.347	16820.6	1.557
8	苯甲醛-DNPH	10.742	0.088	194566.2	0.422	11169.1	1.553
9	异戊醛-DNPH	13.089	0.107	223279.2	0.095	10631.3	1.580
10	正戊醛-DNPH	13.936	0.104	221741.0	0.097	9989.9	1.527
11	邻-甲基苯甲醛-DNPH	14.934	0.082	153887.8	0.258	6782.7	1.558
12	间/对-甲基苯甲醛-DNPH	15.623	0.099	335253.7	0.135	11764.1	0.913
13	正己醛-DNPH	20.856	0.107	179193.7	0.294	5634.2	1.633
14	2,5-二甲基苯甲醛-DNPH	21.763	0.102	137343.5	0.783	4041.2	1.660

图 11. 浓度为 1.5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液谱图叠加及重复性数据 (N=3)

6.3.2 不同组分的浓度与峰面积的线性曲线

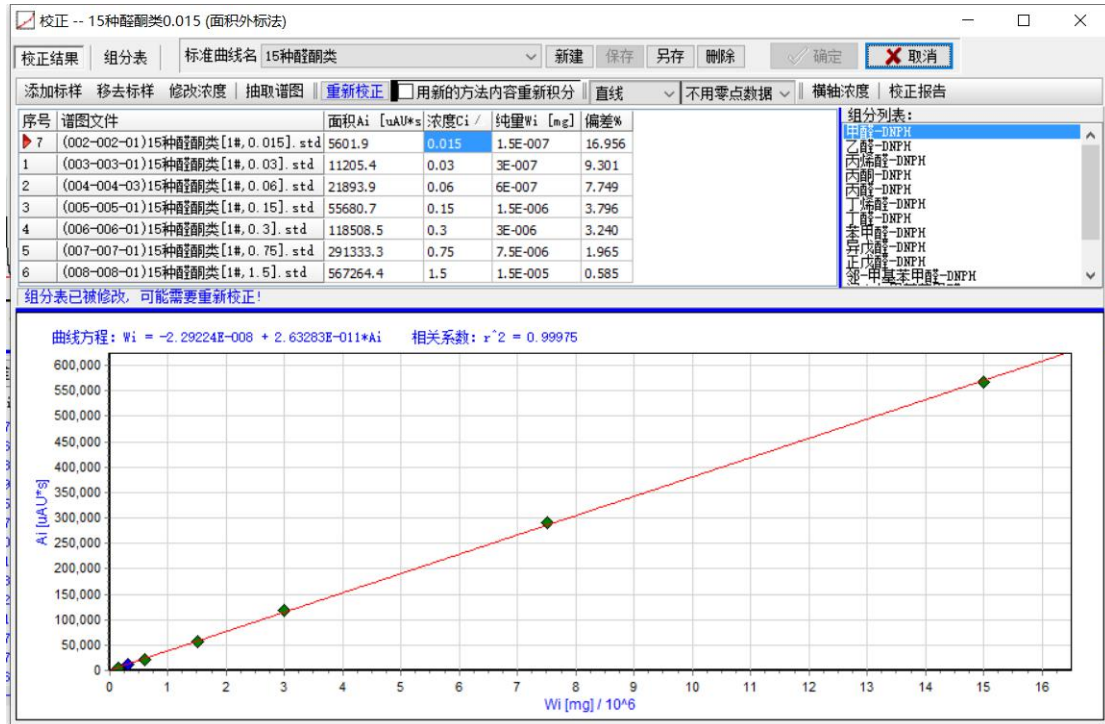


图 12. 甲醛-DNPH 校正曲线

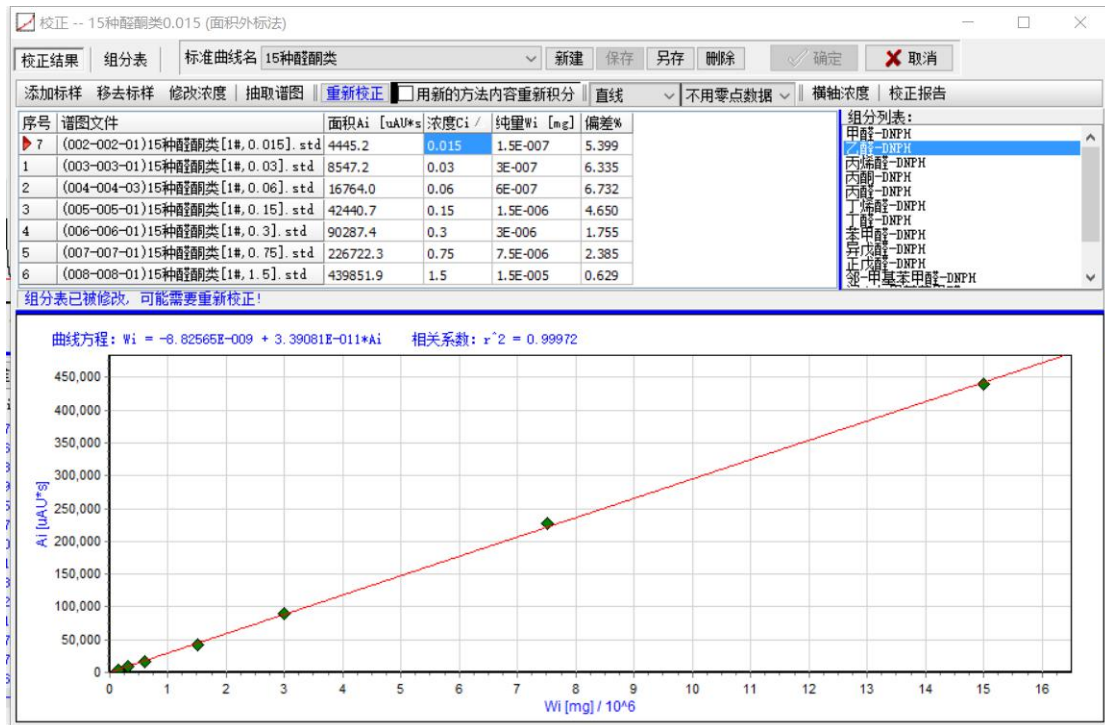


图 13. 乙醛-DNPH 校正曲线

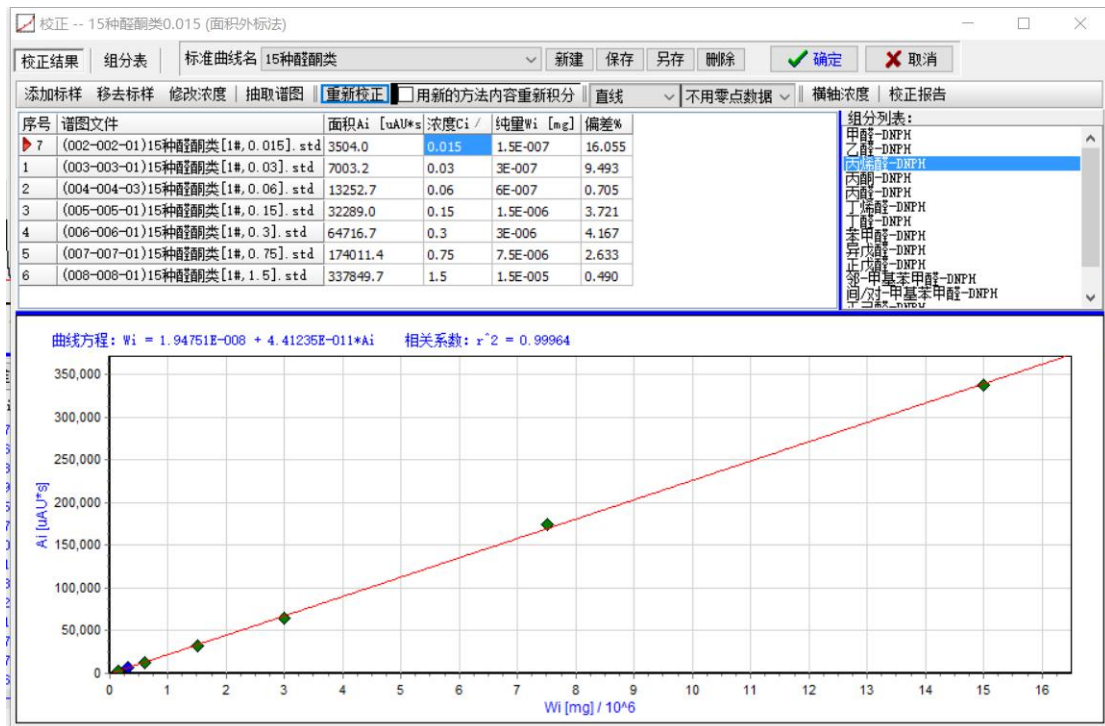


图 14. 丙烯醛-DNPH 校正曲线

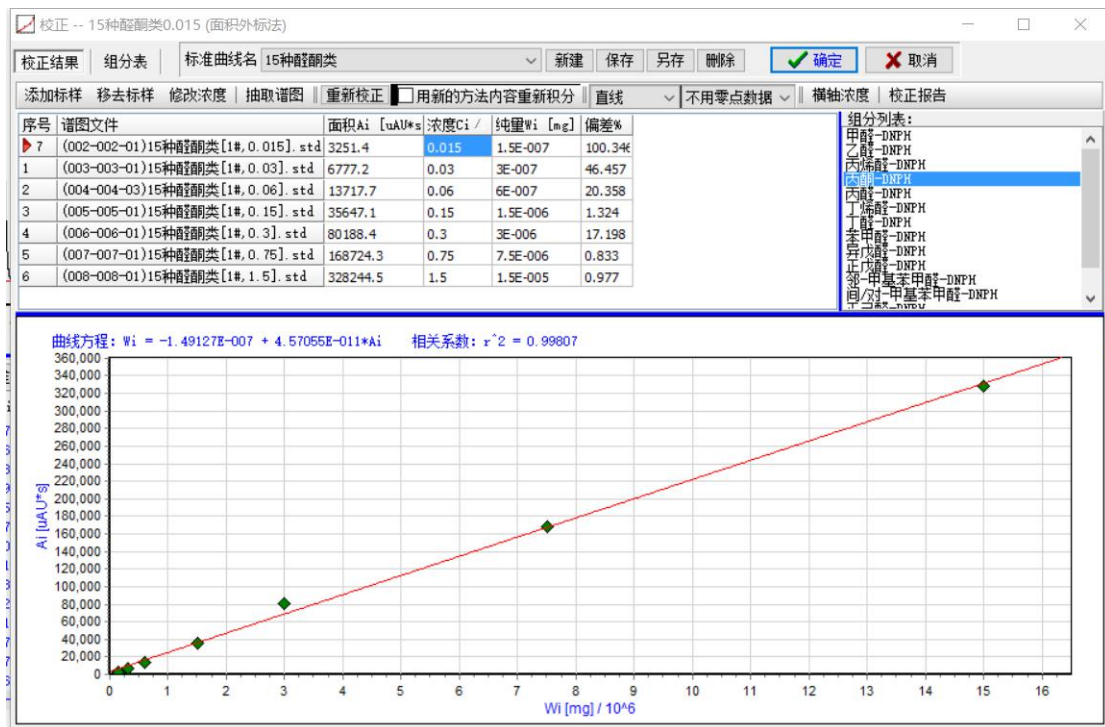


图 15. 丙酮-DNPH 校正曲线

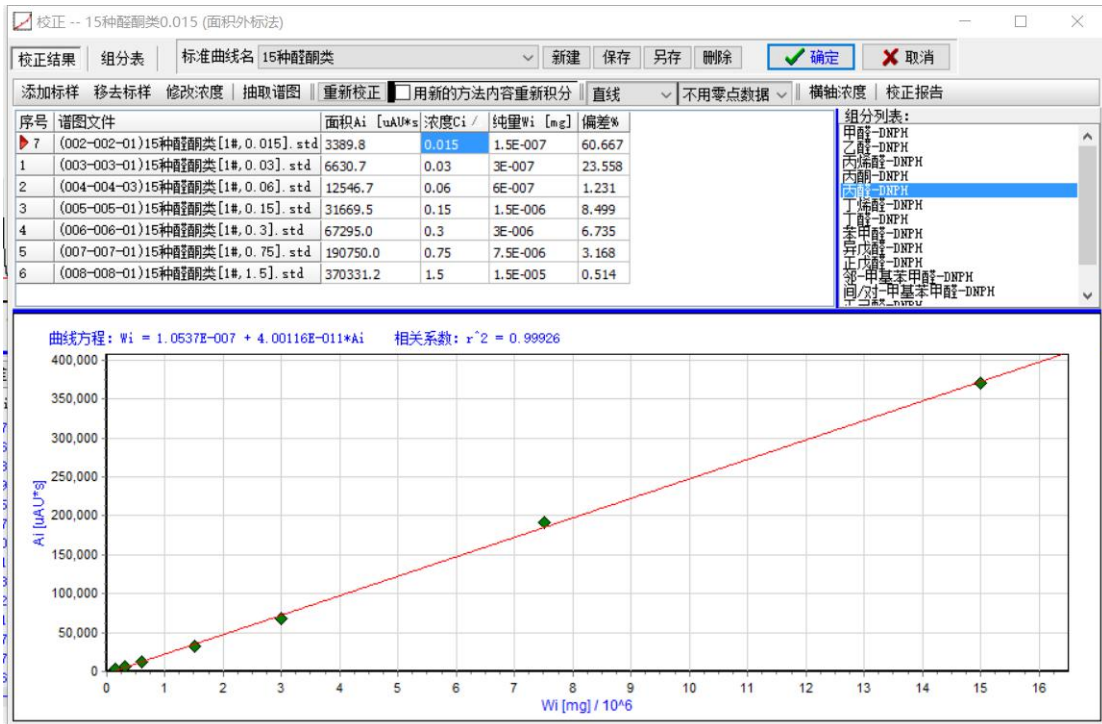


图 16. 丙醛-DNPH 校正曲线

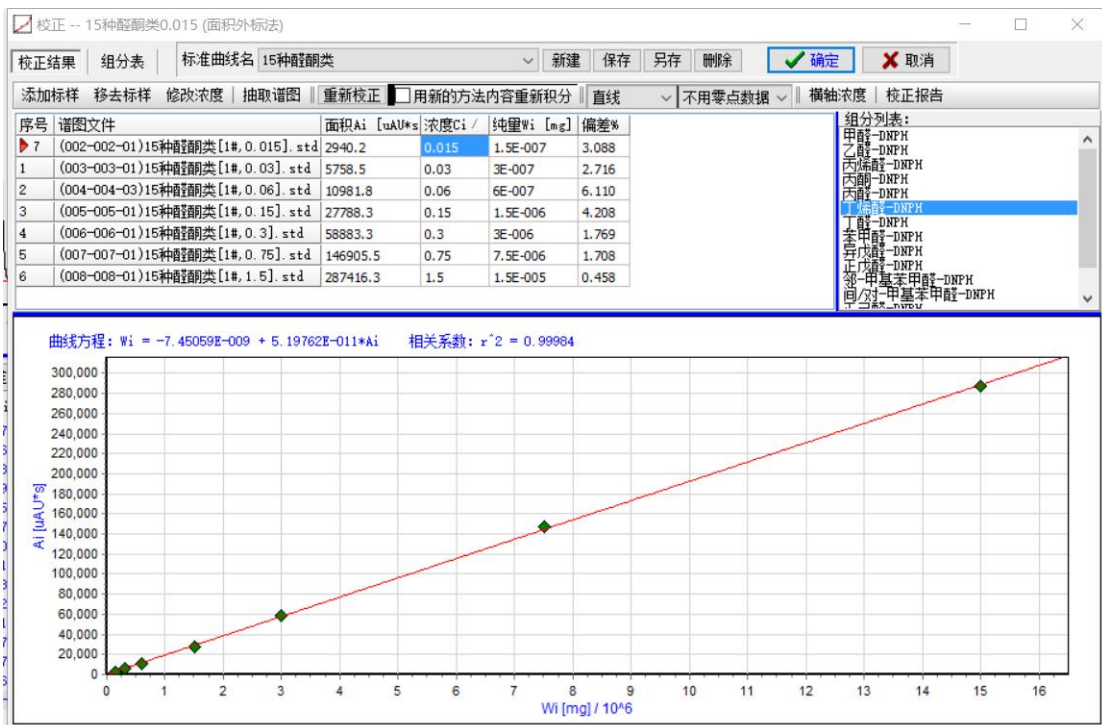


图 17. 丁烯醛-DNPH 校正曲线

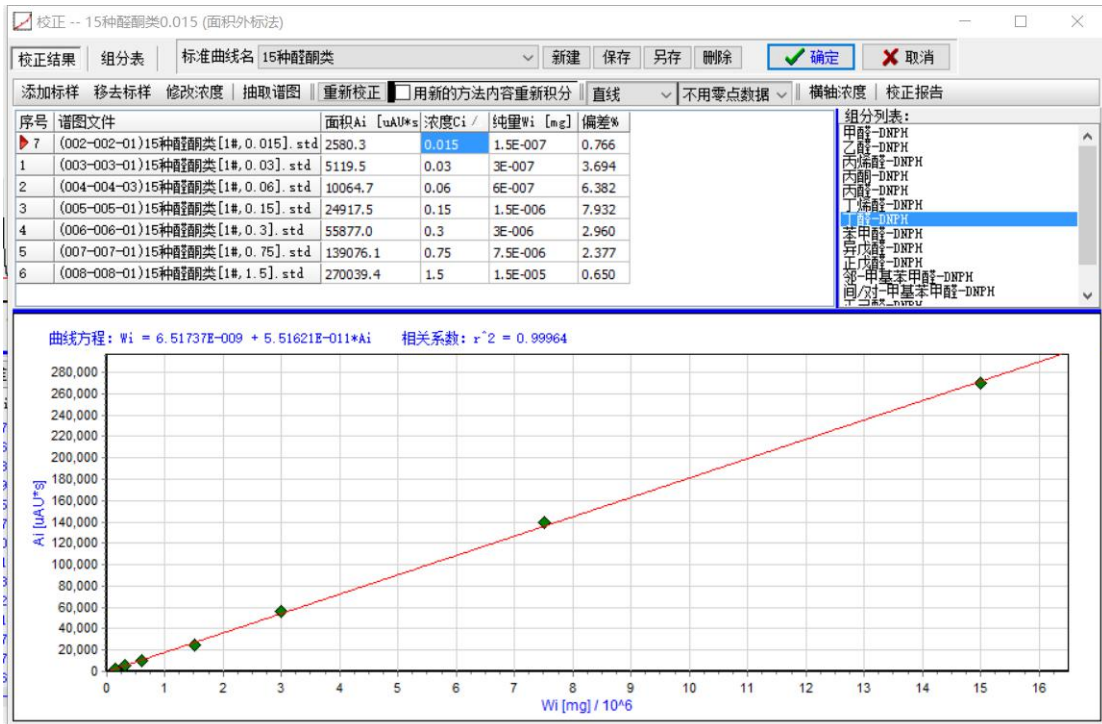


图 18. 丁醛-DNPH 校正曲线

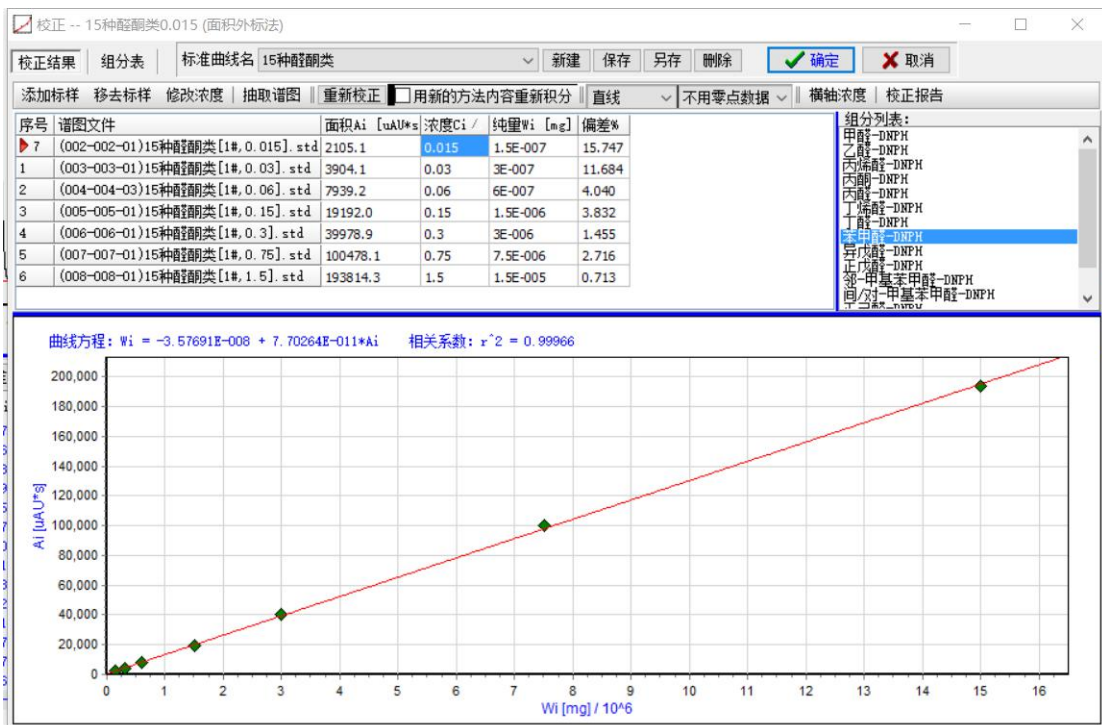


图 19. 苯甲醛-DNPH 校正曲线

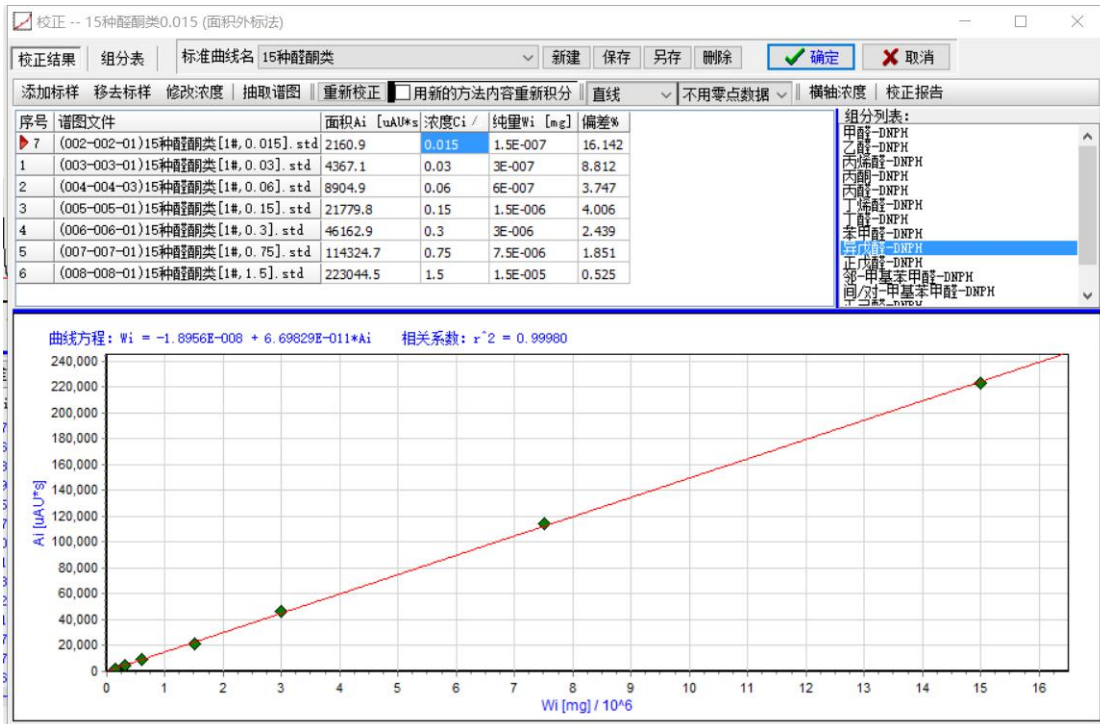


图 20. 异戊醛-DNPH 校正曲线

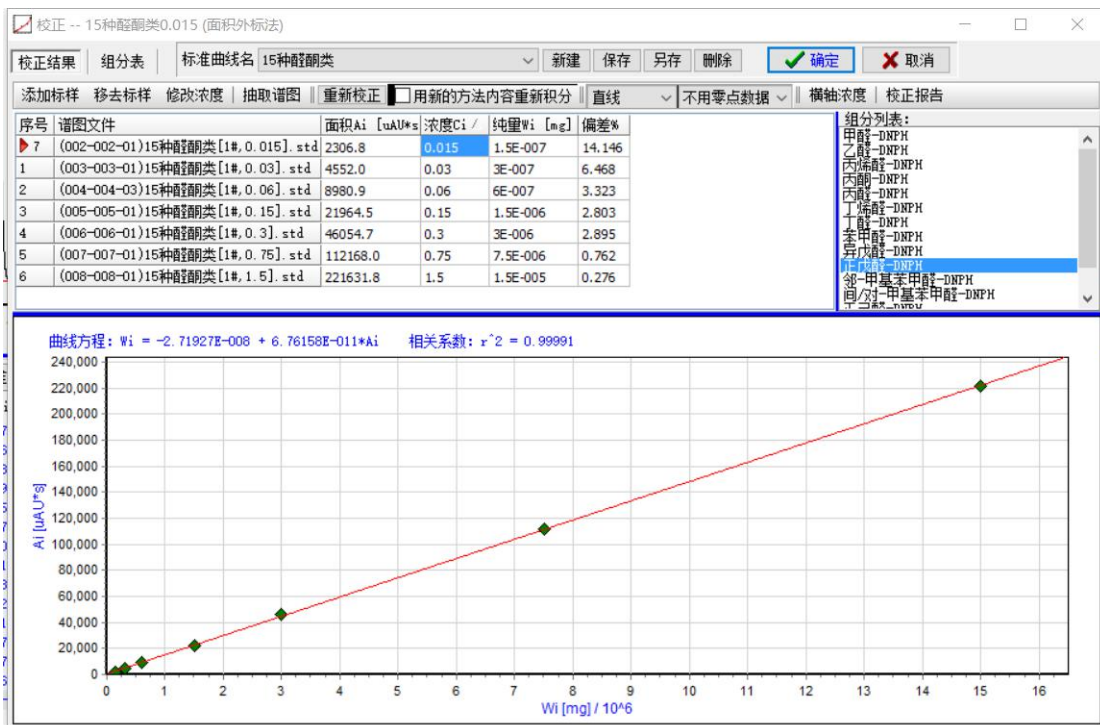


图 21. 正戊醛-DNPH 校正曲线

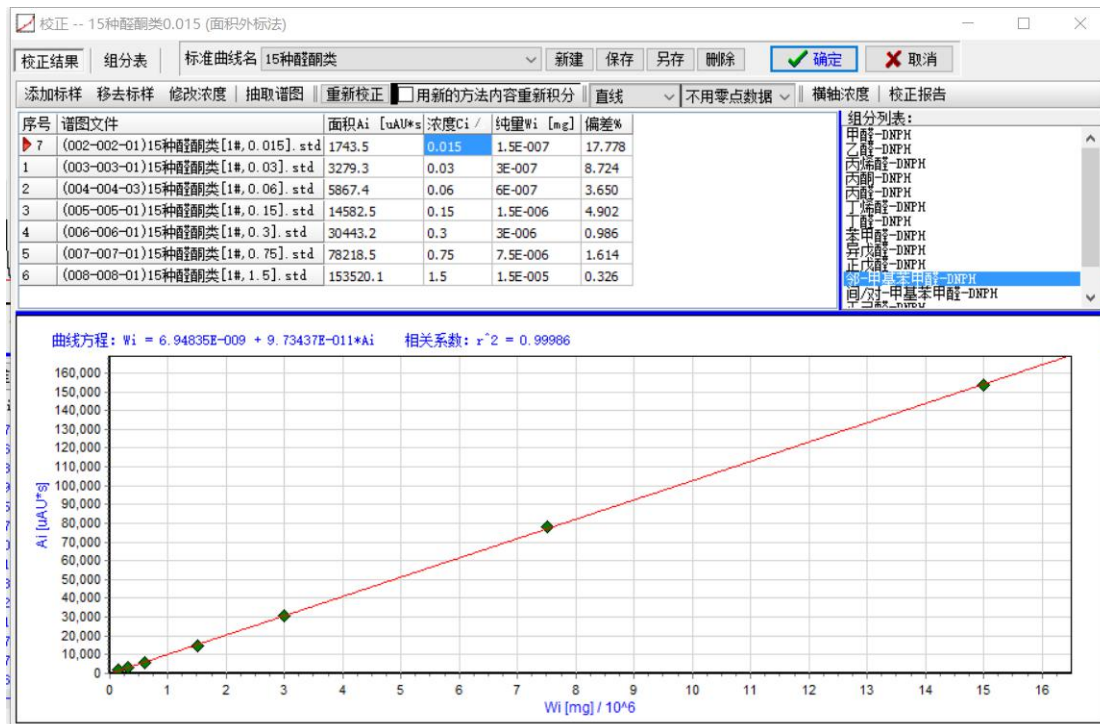


图 22. 邻-甲基苯甲醛-DNPH 校正曲线

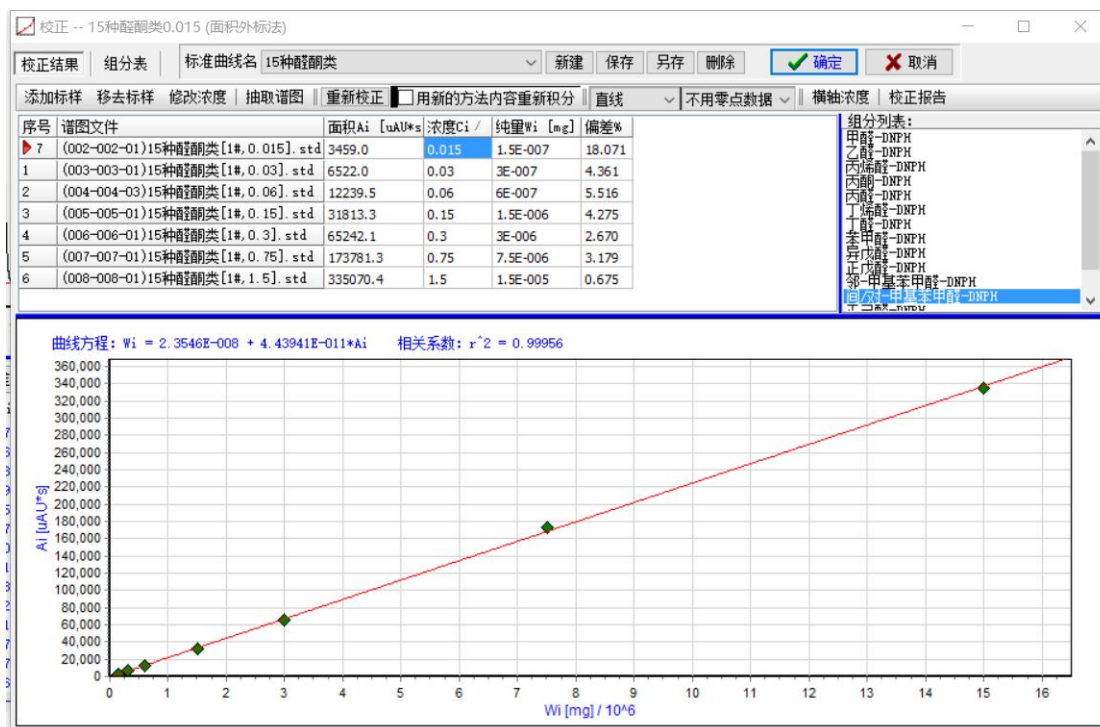


图 23. 间/对-甲基苯甲醛-DNPH 校正曲线

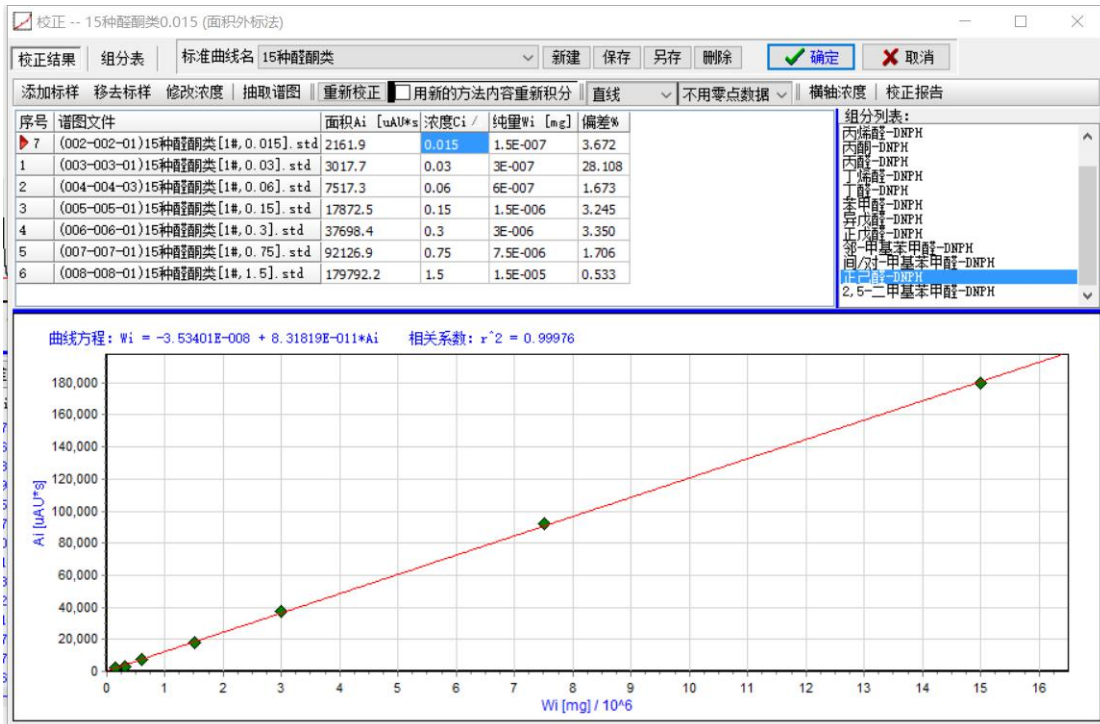


图 24. 正己醛-DNPH 校正曲线

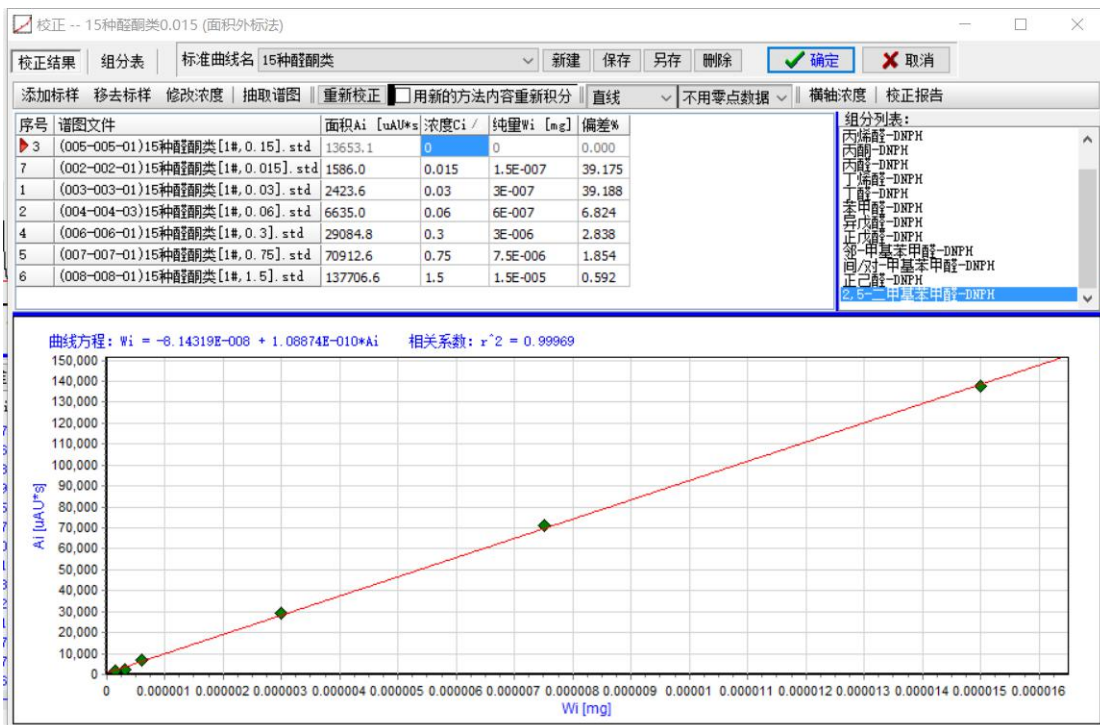


图 25. 2,5-二甲基苯甲醛-DNPH 校正曲线