

酰胺类化合物测定 解决方案

目录

第 1 章	前言	1
第 2 章	仪器设备与试剂	2
第 3 章	实验方法	2
3.1	溶液配制	2
3.2	样品前处理	3
3.3	色谱条件	3
第 4 章	实验结果	4
4.1	标准品分析结果	4
4.2	标准品线性相关性	4

第1章 前言

酰胺类化合物，从构造上可看作是羧酸分子的羧基中的羟基被氨基或烃氨基（-NHR 或-NR₂）取代而成的化合物；也可看作是氨或胺分子中氮原子上的氢被酰基取代而成的化合物。该类物质用途十分广泛：如在合成纤维工业中甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺均可用作合成纤维（丙烯腈）、聚氨酯纺丝及合成聚酰胺树脂的工业溶剂；在医药工业上酰胺类化合物可用于生产维生素、激素，也用于制造农药；在有机反应中酰胺类物质又是重要的中间体。

由于酰胺类物质广泛用于多种行业，其生产和使用过程中会有残余的单体通过工业废气、废水或废渣进入水体、土壤和大气等中，给环境带来严重污染，给人们身体健康带来威胁。

依利特仪器参考 HJ801-2016 《环境空气和废气酰胺类化合物的测定液相色谱法》，利用自主研发的高效液相色谱系统对环境空气中甲酰胺、丙烯酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺含量进行检测，并推出本解决方案，供相关人员参考。



第2章 仪器设备与试剂

表2-1 酰胺类化合物检测HPLC系统配置

序号	名称	数量
1	UV3100 紫外-可见检测器	1 台
2	P3100 高压恒流泵	1 台
3	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1 个
4	ZJ-1 阀支架	1 个
5	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 250mm 色谱	1 支
6	EClassical 3100 系统工具包	1 套
7	TP3100 溶剂托盘	1 个
8	O3100 色谱柱恒温箱	1 台
9	色谱数据处理工作站	1 套
10	500mL 溶剂瓶（无色）	2 只
11	S3100 自动进样器(选配)	1 台

注：或同等配置的其他型号高效液相色谱仪。

表2-2 所需试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲酰胺	>99%
3	丙烯酸胺	>99%
4	N,N-二甲基甲酰胺	>99%
5	N,N-二甲基乙酰胺	>99%
6	水	超纯水

表2-3 主要前处理设备

序号	名称	规格型号
1	溶剂过滤器	1000mL
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W
3	超声清洗器	6L, 60KHz, 120W
4	天平	感量为万分之一
	大气采样器	
	棕色多孔玻板吸收管	符合HJ/T194
	棕色多孔玻板吸收瓶	符合GB/T16157
	聚四氟乙烯软管	

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶（50mL、1000 mL）、移液枪（0~1000 μ L）、移液枪枪头（100 μ L、5mL）、烧杯（100 mL）一次性 PVC 手套、一次性口罩等若干。

第3章 实验方法

3.1 溶液配制

（1）酰胺类化合物标准贮备液

准确称取 0.100g（精确至 ± 0.0001 g）甲酰胺、0.100g（精确至 ± 0.0001 g）N,N-二甲基甲酰胺、0.100g（精确至 ± 0.0001 g）N,N-二甲基乙酰胺和 0.100g（精确至 ± 0.0001 g）丙烯酸胺，用水溶解后全量转入 100mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，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酸胺浓度分别为 1000mg/L、500mg/L、1000mg/L 和 500mg/L 的酰胺类化合物混合标准贮备液，于 4 $^{\circ}$ C 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。

（2）酰胺类化合物标准使用液

准确移取 5.00mL 酰胺类化合物标准贮备液于 100mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，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酸胺浓度分别为 50.0mg/L 的酰胺类化合物混合标准使用液。转入棕色玻璃试剂瓶中，于 4 $^{\circ}$ C 以下冷藏、避光和密封可保存 6 天。使用时应恢复至室温，并摇匀。

3.2 样品前处理

● 样品的采集

采样前，应对采样器进行气密性检查和流量校准，并打开抽气泵以 1.0L/min 流量抽气约 5 分钟，置换采样系统的空气。

环境空气样品

环境空气的采样应符合 HJ/T 194 中的相关规定。采样时，将装有 10.0mL 实验用水的多孔玻板吸收管，用聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管连接至大气采样器，以 0.5L/min 流量采集环境空气样品 60 min，同时记录采样点的温度和大气压等参数。

固定污染源废气样品

固定污染源废气的采样应符合 GB/T 16157 中的相关规定。采样时，将装有 50.0mL 实验用水的多孔玻板吸收瓶，用聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管连接至烟气采样器，将采样枪加热至 120℃ 以上，以 1.0L/min 流量采集固定污染源废气样品 30 min。可根据实际浓度，适当延长或缩短采样时间，记录采样温度和压力等参数。

● 样品的运输与保存

样品采集后，用聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管封闭多孔玻板吸收管或多孔玻板吸收瓶的进气口和出气口，直立置于冷藏箱内运输和保存。若不能及时测定，样品应于 4℃ 以下冷藏、避光和密封保存，5d 内完成分析测定。

● 试试样的制备

环境空气样品

将环境空气样品吸收液全量转入 10mL 比色管中，用水定容至 10mL 标线，摇匀。用 0.22μm 水相针式过滤器过滤，弃去 2mL 初始液，收集滤液至 2 mL 棕色样品瓶中，待测。

固定污染源废气样品

将固定污染源废气样品吸收液全量转入 50mL 比色管中，用水定容至 50mL 标线，摇匀。用 0.22μm 水相针式过滤器过滤，弃去 2mL 初始液，收集滤液至 2mL 棕色样品瓶中，待测。

实验室空白样品

以同批次和相同体积的实验用水代替样品，按照与环境空气样品试样的制备或固定污染源废气样品试样的制备相同步骤制备实验室空白试样。

3.3 色谱条件

流动相：水:乙腈=97:3 (v/v)

色谱柱：Supersil ODS2 5μm 4.6×250mm

进样体积：5μL

检测波长：200nm

流量：0.5mL/min

柱温：30℃

第4章 实验结果

4.1 标准品分析结果

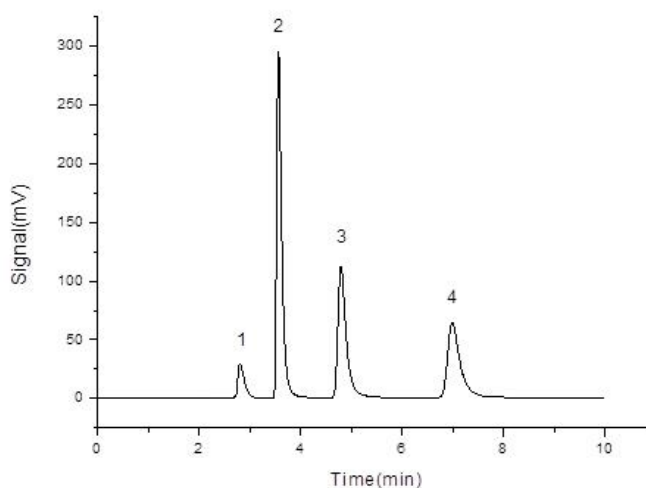


图4-1 酰胺类混合标准品分离色谱图

1.甲酰胺; 2.丙烯酰胺; 3.二甲基甲酰胺; 4.二甲基乙酰胺

表4-1 标准品分析色谱参数

峰号	物质名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.min)
1	甲酰胺	2.85	322.55
2	丙烯酰胺	3.65	2687.50
3	N,N-二甲基甲酰胺	4.92	1626.97
4	N,N-二甲基乙酰胺	7.16	1449.18

4.2 标准品线性相关性

分别移取 0.10mL、2.50mL、5.00mL、8.00mL、10.00mL 酰胺类化合物标准使用液置于一组 50mL 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀。由低浓度到高浓度依次移取 5.0 μ L 注入液相色谱仪, 按照液相色谱参考条件进行分析测定。以标准系列溶液中目标化合物的浓度 (mg/L) 为横坐标, 以峰高或峰面积为纵坐标, 建立酰胺类化合物标准曲线。

表 4-2 酰胺类标准溶液的线性参数表

峰号	物质名称	线性浓度范围	线性相关系数 (R)	线性方程
1	甲酰胺	0.1~10 mg/L	0.9990	$y = 32.8x - 8.12$
2	丙烯酰胺	0.1~10 mg/L	0.9991	$y = 270.2x - 44.1$
3	N,N-二甲基甲	0.1~10 mg/L	0.9994	$y = 167.2x - 38.8$
4	N,N-二甲基乙	0.1~10 mg/L	0.9990	$y = 150.0x - 47.6$

结果表明, 这 4 种酰胺类物质在 0.1~10 mg/L 浓度范围内, 仪器检测具有良好的线性相关性。

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房
电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610
电话：18842681865