离子色谱法测定水中丙烯酸

贺晓燕 丁肖怡 金梓谦 王志亮 韩增玉

宁夏回族自治区生态环境监测中心 银川 750001

DOI:10.12238/ems.v7i7.14288

[摘要] 建立的离子色谱法测定水中丙烯酸方法, 采用赛默飞世儿 AS22 阴离子色谱柱, 碳酸盐等梯度淋洗条件, 流速 1.0ml/min, 柱温 30℃, 进样量 25 μL。该方法检测限为 0.055 mg/L, 分别高、中、低标准样品的测试符合规定范围, 水样加标回收率为 75.3%-105%, 精密度 (RSD, n=7) 为 0.2%-3.1%, 测定方法相关性 (>0.9999)。实验结果表明, 该方法准确可靠, 简单快捷, 灵敏度高, 所需试剂少, 污染小等, 适用于水中丙烯酸的测定。

[关键词] 离子色谱法; 丙烯酸

1 前言

丙烯酸是重要的有机合成原料及合成树脂单体, 是聚合速度非常快的乙烯类单体。是最简单的不饱和羧酸, 由一个乙烯基和一个羧基组成。纯的丙烯酸是无色澄清液体, 带有特征的刺激性气味。它可与水、醇、醚和氯仿互溶, 是从炼油厂得到的丙烯制备的。大多数用以制造丙烯酸甲酯、乙酯、丁酯、羟乙酯等丙烯酸酯类。丙烯酸及丙烯酸酯可以均聚及共聚, 其聚合物用于合成树脂、合成纤维、高吸水性树脂、建材、涂料等工业部门。

2 实验部分

2.1 仪器

ICS-1100 赛默飞世儿离子色谱仪, 带自动进样器系统; 赛默飞世儿 AS22 阴离子色谱柱; 碳酸盐淋洗液 I。

2.2 试剂和材料

丙烯酸标准物(中国计量科学研究院)、氢氧化钠、甲醇、

碳酸钠(天津市科密欧化学试剂有限公司 优级纯)、碳酸氢钠(天津市科密欧化学试剂有限公司 优级纯)、0.45um 有机滤膜(用于过滤流动相及水样)、超纯水(经 HUMAN 纯水机制备)、离子净化柱。

2.3 液相色谱条件

赛默飞世儿 AS22 色谱柱, 碳酸盐等梯度淋洗液条件(碳酸盐淋洗液 I), 流速 1.0ml/min, 柱温 30℃, 进样量 25 μL, 实验依据保留时间定性, 峰高或峰面积定量。

2.4 样品的测定

水样中的悬浮物粒径较大, 容易造成离子色谱管路堵塞, 导致仪器损坏, 因此进样前需使用 0.45um 滤膜滤水样, 以消除悬浮物的干扰。

3 结果

3.1 标准谱图

丙烯酸的出峰时间为 6.02min。

3.2 校准曲线

标准曲线测定结果见表 1。

3.3 方法检出限、测定下限

方法检出限、测定下限测试见表 2。

3.4 精密度测试

选择高、中、低三种浓度的丙烯酸标准样品, 每份平行测定 6 次。按规定公式进行各项参数的计算, 见表 3。

3.5 准确度测试

分别选取当地代表性水样进行样品加标, 测定 6 次, 计算加标回收率, 结果见表 4。

表 1 标准曲线测定结果表

编号	1	2	3	4	5	6
浓度 (mg/L)	0.00	0.25	1.00	5.00	10.0	20.0
峰面积 (μS*min)	0.0000	0.0096	0.0344	0.1979	0.4020	0.8021
标准曲线	Y=0.0403X-0.0029			r=0.9999		

表2 方法检出限、测定下限测试表 单位 (mg/L)

编号	试样
1	0.266
2	0.253
3	0.275
4	0.271
5	0.305
6	0.270
7	0.252
平均值 $\bar{x}$ (mg/L)	0.270
标准偏差 S (mg/L)	0.018
t 值	3.143
方法检出限 (mg/L)	0.055
测定下限 (mg/L)	0.220

表3 标准样品测试结果表 单位 (mg/L)

序号	低浓度	中浓度	高浓度
1	0.266	4.94	17.9
2	0.253	4.96	17.9
3	0.271	4.94	17.8
4	0.270	5.03	17.9
5	0.252	4.99	17.9
6	0.267	5.09	17.8
平均值 $\bar{x}$ (mg/L)	0.263	4.99	17.9
标准偏差 S (mg/L)	0.008	0.057	0.036
相对标准偏差 RSD (%)	3.1	1.1	0.2
标准样品浓度 (mg/L)	0.25	5.00	18.0
相对误差 RE (%)	5.3	-0.1	-0.7

表4 实际样品测试及加标结果表 单位 (mg/L)

序号	地下水		地表水		生活污水		工业废水 1		工业废水 2	
	样品	加标	样品	加标	样品	加标	样品	加标	样品	加标
1	未检出	0.491	未检出	0.445	未检出	5.16	0.545	1.82	2.53	4.11
2	未检出	0.534	未检出	0.487	未检出	5.09	0.508	1.79	2.42	3.91
3	未检出	0.425	未检出	0.453	未检出	4.86	0.606	1.65	2.54	3.89
4	未检出	0.693	未检出	0.593	未检出	5.55	0.577	1.99	2.51	4.03
5	未检出	0.538	未检出	0.444	未检出	5.16	0.543	1.78	2.51	3.98
6	未检出	0.465	未检出	0.485	未检出	5.30	0.605	1.72	2.40	4.02
平均值 $\bar{x}, \bar{y}$	/	0.524	/	0.485	/	5.19	0.564	1.79	2.49	3.99
标准偏差 S	/	0.093	/	0.057	/	0.229	0.039	0.114	0.060	0.082
相对标准偏差 RSD (%)	/	17.7	/	11.7	/	4.4	6.9	6.4	2.4	2.0
加标量 μ	0.5		0.5		5.0		1.5		2.0	
加标回收率 P (%)	105		96.9		104		81.8		75.3	

4. 结果讨论

本文建立了一套检测水中丙烯酸的方法,该方法检测限为 0.055 mg/L,分别高、中、低标准样品的测试符合规定范围,水样加标回收率为 75.3%~105%,精密性 (RSD, n=7) 为 0.2%~3.1%,测定方法相关性 (>0.9999)。实验结果表明,该方法准确可靠,简单快捷,灵敏度高,所需试剂少,污染小等,适用于水中丙烯酸的测定,可以满足实际工作的要求。

[参考文献]

- [1]HJ1288-2023,《水质 丙烯酸的测定 离子色谱法》;
 [2]HJ168-2010,《环境监测分析方法标准制修订技术导则》[s].
 [3]GB3838-2002,《地表水环境质量标准》[s];
 基金项目:宁夏回族自治区重点研发计划 (2019BFG02020) 资助