

高效液相色谱法测定 15 种醛、酮类衍生物

本方法适用于土壤和沉积物中 15 种醛、酮类化合物的测定，包括：甲醛、乙醛、丙烯醛、丙酮、丙醛、丁烯醛、丁醛、苯甲醛、异戊醛、正戊醛、对-甲基苯甲醛、间-甲基苯甲醛、邻-甲基苯甲醛、正己醛、2,5-二甲基苯甲醛。

1. 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

十五种醛酮标准品；乙腈（色谱纯）；蒸馏水。

1.2 主要仪器与设备

LC5510 高效液相色谱仪（配有紫外检测器）：北京东西分析仪器有限公司；在线脱气机：北京东西分析仪器有限公司。

1.3 试验条件

1.3.1 色谱条件

色谱柱：ZORBAX Extend-C18（4.6X250mm,5 μ m）

流动相：乙腈/水=65/35，等度洗脱；

检测波长：360nm；

流动相流速：1.0ml/min；

柱温：30 $^{\circ}$ C

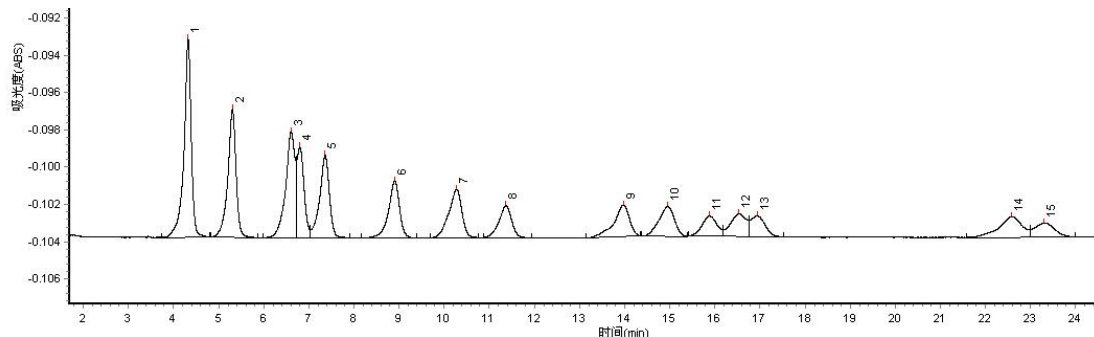
进样量：20 μ l

1.3.2 标准溶液配制

分别取 3.0 μ l、5.0 μ l、10.0 μ l、50.0 μ l、100 μ l、150 μ l 标准溶液于 10ml 容量瓶中用乙腈定容，混匀，配制成质量浓度分别为 30.0 μ g/L、50.0 μ g/L、100 μ g/L、500 μ g/L、1000 μ g/L、1500 μ g/L 的标准系列。

2. 结果与分析

2.1 色谱图



1. 甲醛-DNPH；2. 乙醛-DNPH；3. 丙烯醛-DNPH；4. 丙酮-DNPH；5. 丙醛-DNPH；6. 丁烯醛-DNPH；7. 丁醛-DNPH；8. 苯甲醛-DNPH；9. 异戊醛-DNPH；10. 正戊醛-DNPH；11. 邻-甲基苯甲醛-DNPH；12. 间-甲基苯甲醛-DNPH；13. 对-甲基苯甲醛-DNPH；14. 正己醛-DNPH；15. 2,5-二甲基苯甲醛-DNPH。

图 1 15 种醛、酮类腈衍生物的色谱图

2.2 重复性

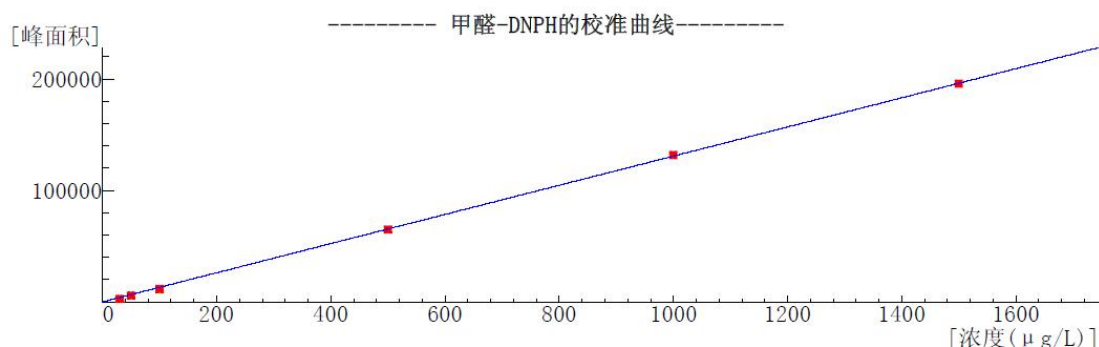
将 0.5mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，得到 15 种醛、酮类腈衍生物的重复性如下表：

	1	2	3	4	5	6	7	8
峰面积	61522	44966	40603	28889	34331	27391	27499	17846
	59791	43698	39937	27608	32908	36143	26246	16986
	61380	44927	41750	27952	33427	26519	26885	17375
	61975	45231	43093	27248	34079	27318	27569	17469
	60245	43598	41674	26892	32879	26524	26818	17263
	59918	43483	41051	27720	32815	25810	26403	17683
平均值	60805.17	44317.17	41351.33	27718.17	33406.5	26617.5	26903.33	17402.33
RSD(%)	1.5326	1.812	2.6374	2.4687	1.9784	2.367	2.0277	2.4747
	9	10	11	12	13	14	15	
峰面积	21730	19778	12653	14927	13224	19723	11791	
	20481	19181	12499	15134	13187	19550	11615	
	21236	19729	12968	15116	13079	19455	11943	
	21246	19911	12639	15309	13054	20350	12539	
	20923	19280	13077	14759	13135	19148	11912	
	20859	19321	12903	15048	13428	18606	11453	
平均值	21079.17	19562.67	12706.67	15048.83	13163.3 3	19576	11783.00	
RSD(%)	2.0202	1.6942	1.8814	1.2548	0.5724	0.6941	1.3931	

表 1 15 种醛、酮类腈衍生物的重复性

2.3 线性

将以上配制的标准系列进行测定，并以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制校准曲线。所得结果如下：



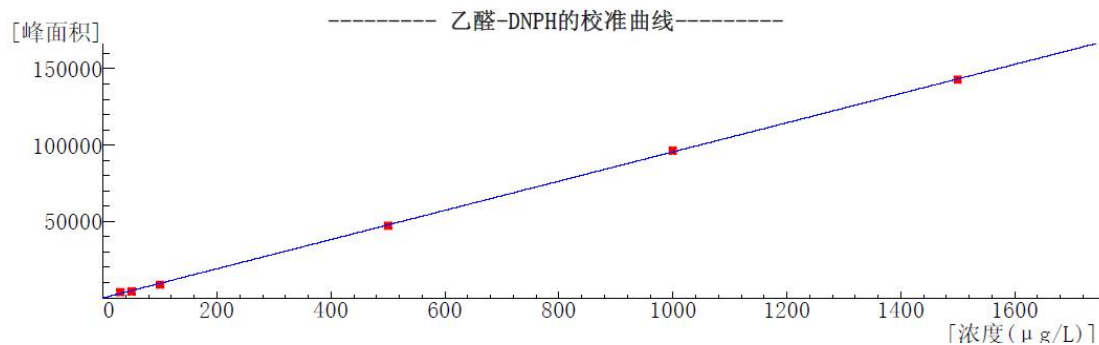
曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	2768
2	50.0000	5624
3	100.0000	11554

4	500.0000	64963
5	1000.0000	131773
6	1500.0000	195871

曲线方程：Y=130.81X+0.00

相关系数：0.99996

曲线点数：6

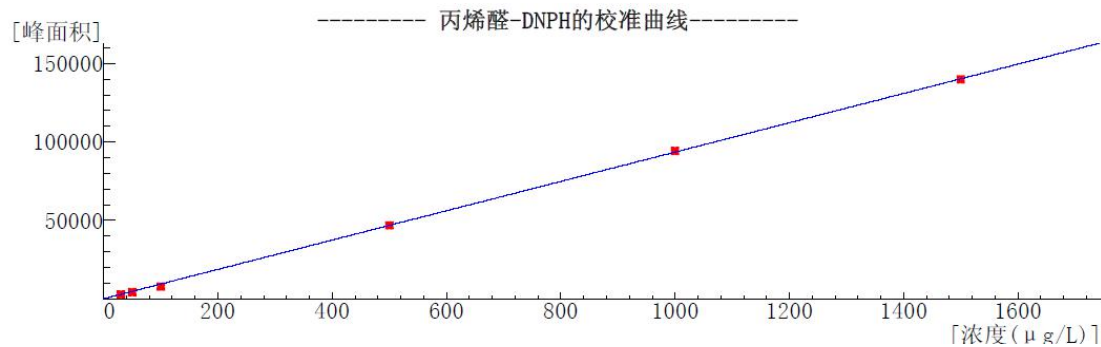


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	3783
2	50.0000	4246
3	100.0000	8681
4	500.0000	47300
5	1000.0000	96438
6	1500.0000	143002

曲线方程：Y=95.57X+0.00

相关系数：0.99992

曲线点数：6

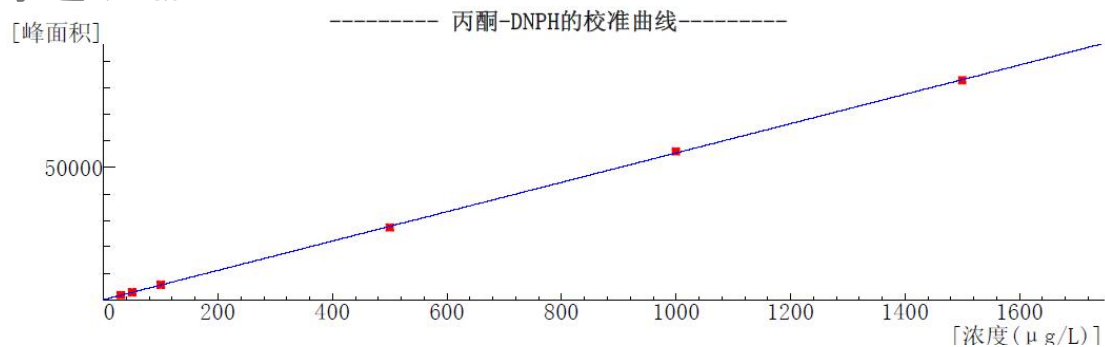


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	2736
2	50.0000	4152
3	100.0000	7707
4	500.0000	46725
5	1000.0000	94243
6	1500.0000	139854

曲线方程：Y=93.48X+0.00

相关系数：0.99992

曲线点数：6

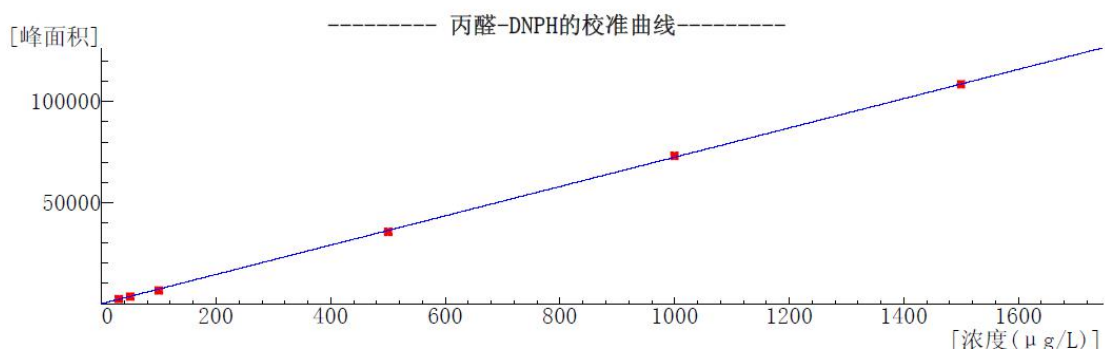


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	1723
2	50.0000	2776
3	100.0000	5637
4	500.0000	27307
5	1000.0000	56055
6	1500.0000	82999

曲线方程 : $Y=55.49X+0.00$

相关系数 : 0.99995

曲线点数 : 6

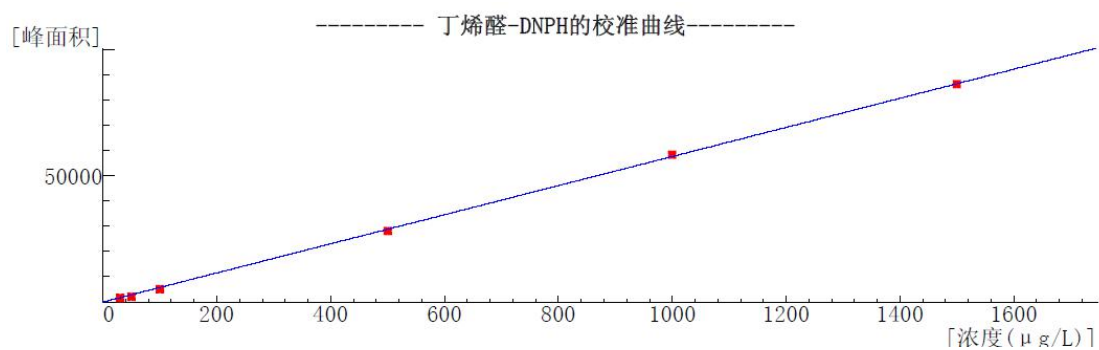


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	2273
2	50.0000	3528
3	100.0000	6461
4	500.0000	35446
5	1000.0000	73054
6	1500.0000	108527

曲线方程 : $Y=72.43X+0.00$

相关系数 : 0.99994

曲线点数 : 6

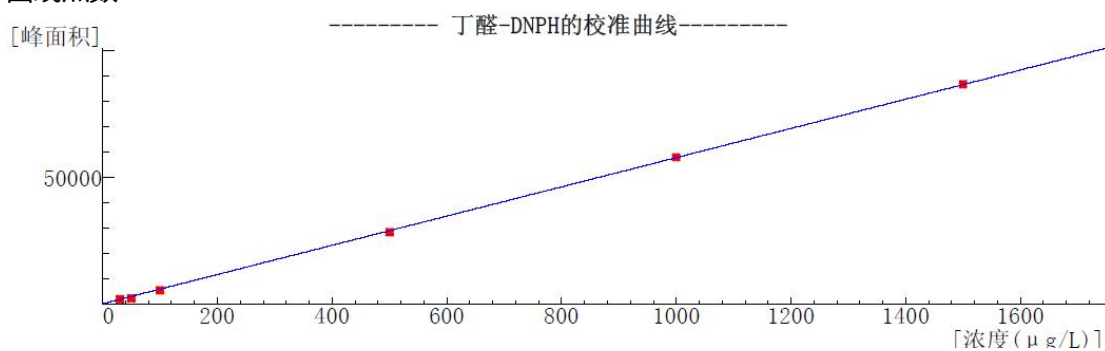


曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	1621
2	50.0000	2105
3	100.0000	5064
4	500.0000	28079
5	1000.0000	58294
6	1500.0000	86219

曲线方程 : $Y=57.59X+0.00$

相关系数 : 0.9999

曲线点数 : 6

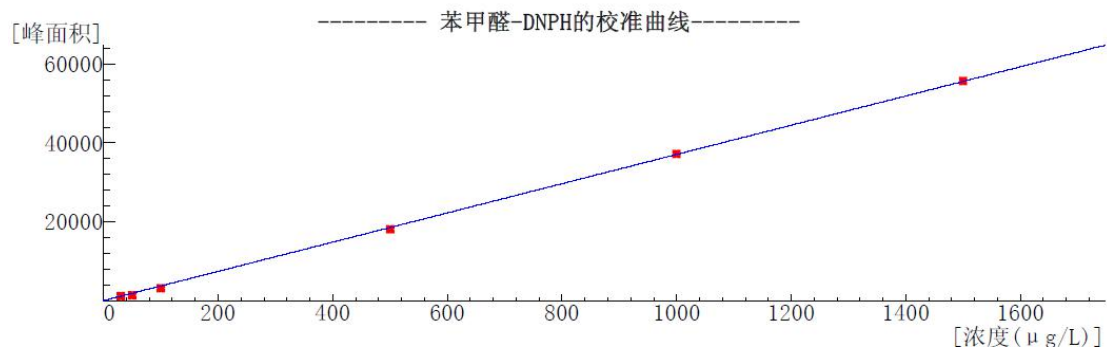


曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	1756
2	50.0000	2157
3	100.0000	5298
4	500.0000	28298
5	1000.0000	57985
6	1500.0000	86860

曲线方程 : $Y=57.81X+0.00$

相关系数 : 0.99995

曲线点数 : 6

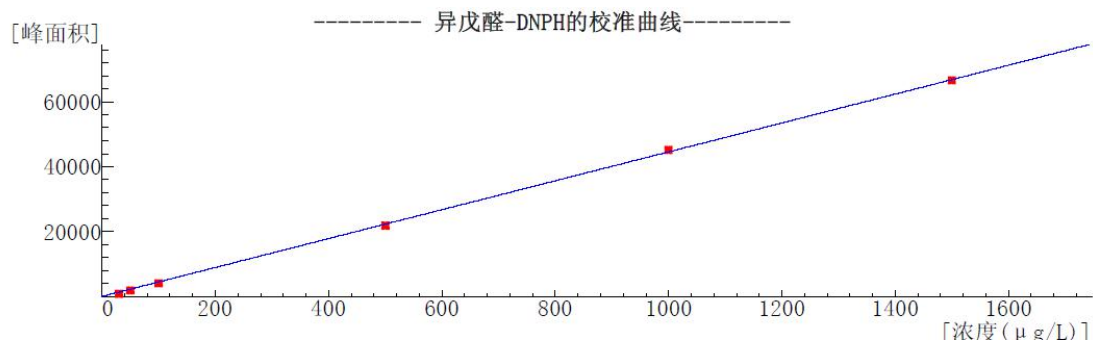


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	1127
2	50.0000	1359
3	100.0000	3108
4	500.0000	18043
5	1000.0000	37249
6	1500.0000	55721

曲线方程 : $Y=37.08X+0.00$

相关系数 : 0.99992

曲线点数 : 6

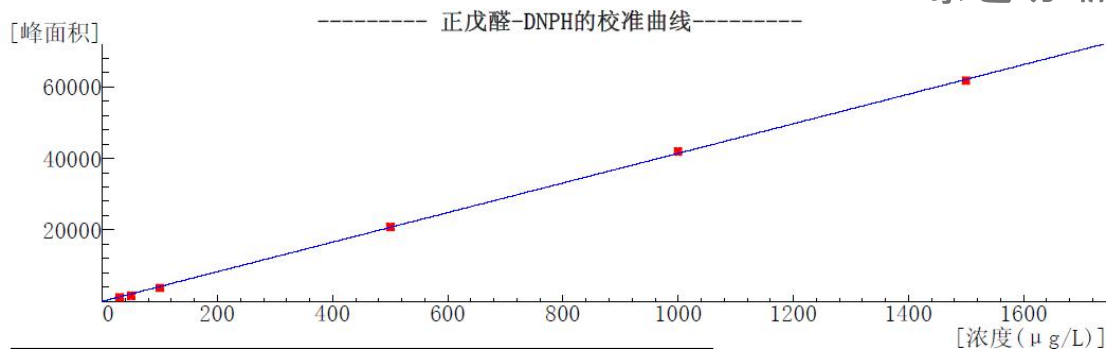


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	813
2	50.0000	1821
3	100.0000	4047
4	500.0000	21801
5	1000.0000	45163
6	1500.0000	66595

曲线方程 : $Y=44.54X+0.00$

相关系数 : 0.9999

曲线点数 : 6

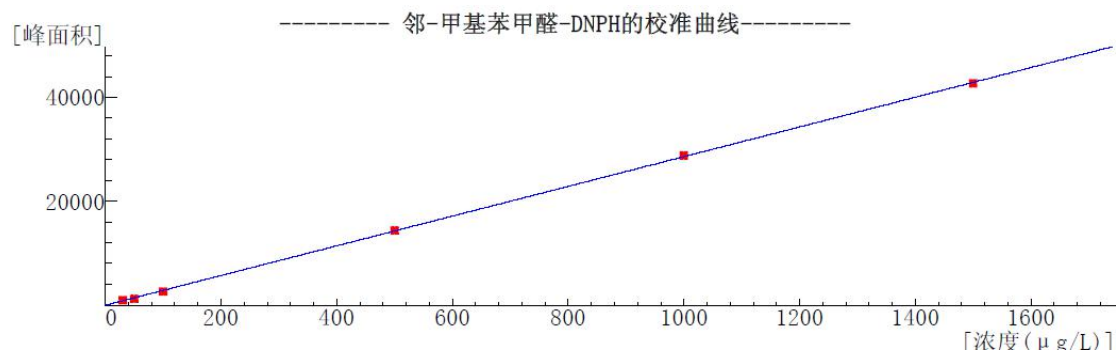


曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	1133
2	50.0000	1594
3	100.0000	3747
4	500.0000	20786
5	1000.0000	41937
6	1500.0000	61772

曲线方程 : $Y=41.41X+0.00$

相关系数 : 0.99991

曲线点数 : 6

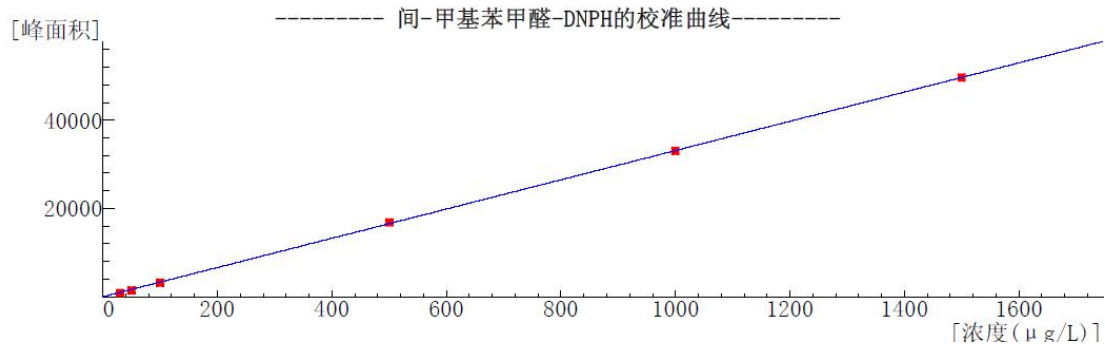


曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	979
2	50.0000	1225
3	100.0000	2645
4	500.0000	14379
5	1000.0000	28829
6	1500.0000	42715

曲线方程 : $Y=28.59X+0.00$

相关系数 : 0.99994

曲线点数 : 6

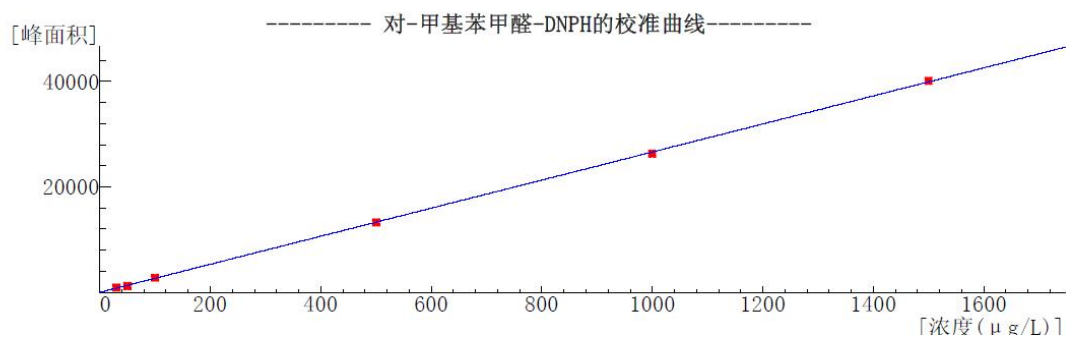


曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	841
2	50.0000	1407
3	100.0000	3165
4	500.0000	16830
5	1000.0000	33053
6	1500.0000	49648

曲线方程 : $Y=33.12X+0.00$

相关系数 : 0.99997

曲线点数 : 6

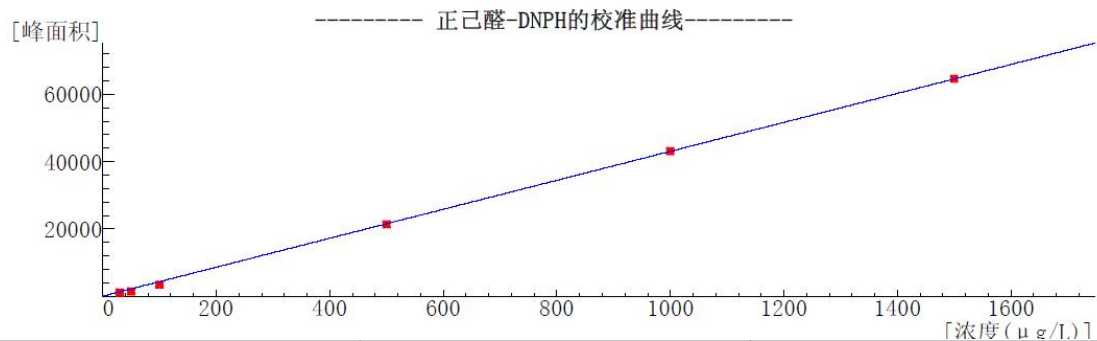


曲线点	含量 (μg/L)	面积
1	30.0000	909
2	50.0000	1166
3	100.0000	2752
4	500.0000	13269
5	1000.0000	26323
6	1500.0000	40129

曲线方程 : $Y=26.62X+0.00$

相关系数 : 0.99994

曲线点数 : 6

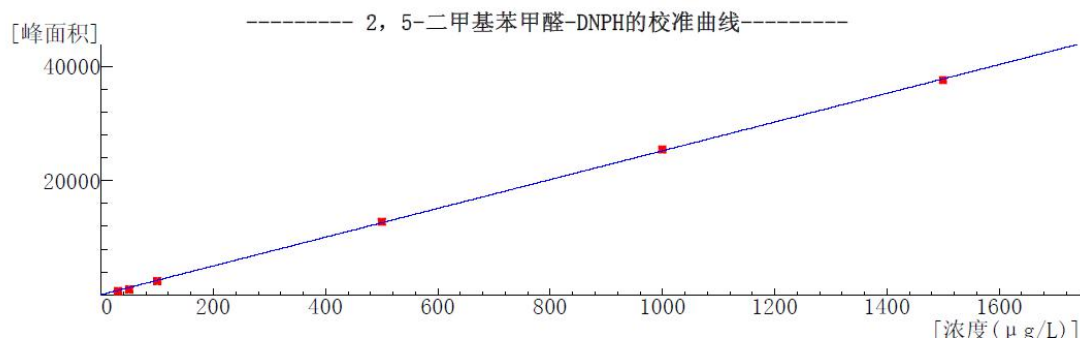


曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	1037
2	50.0000	1373
3	100.0000	3406
4	500.0000	21378
5	1000.0000	43191
6	1500.0000	64722

曲线方程 : $Y=43.09X+0.00$

相关系数 : 0.99992

曲线点数 : 6



曲线点	含量 (µg/L)	面积
1	30.0000	622
2	50.0000	893
3	100.0000	2390
4	500.0000	12783
5	1000.0000	25468
6	1500.0000	37647

曲线方程 : $Y=25.23X+0.00$

相关系数 : 0.9999

曲线点数 : 6

3. 结论

高效液相色谱仪对复杂样品具有优越的分析能力,尤其适用于土壤和沉积物中 15 种醛、酮类化合物的测定。本文采用该方法对 15 种醛、酮类化合物的标准溶液进行测定。试验表明,本方法具有线性好(线性在 0.9999 以上),精密度高(RSD 在 3%以内),分析速度快等优点。