

自来水中的丙烯酰胺的 GC-ECD 分析

1974 年厚生环境卫生厅对于丙烯酰胺的相关基准, 作为饮用井水等的判断基准, 规定「不得检出(检测界限 0.1ppm)」, 但在 1993 年 5 月 12 日的「关于自来水基准的制定」中被废止。但是在 2000 年 3 月由厚生省生活卫生局自来水整備课发布的「自来水用品类的评价试验方法指导原则」中, 丙烯酰胺再次被作为评价项目, 记载有使用 GC 的试验方法。

在本应用文集中介绍按照该指导原则进行的丙烯酰胺的 GC 分析。

指导原则中规定, 将丙烯酰胺进行溴化, 使用 GC-ECD 检测。表 1 是分析条件。图 1 是溴化后的丙烯酰胺 (2-bromo propeneamide) 的结构式。

自来水中的丙烯酰胺的评价基准值为 0.05 $\mu\text{g/L}$, 其目标定量下限为 0.02 $\mu\text{g/L}$ 。

表 1 分析条件

装置	: Ge-17AAF _w F ₁ E _{ver} 3,AOC-20;
柱	: DB-WAX(30m,0.25mmI.D.,df=0.25 μm)
柱温度	: 50°C(0min)-10°C/min-200°C
载气	: H ₂ ,300kPa
检测器	: ECD-17
进样温度	: 280°C
检测温度	: 250°C
进样方式	: 分流 (1: 20)
进样量	: 1 μL

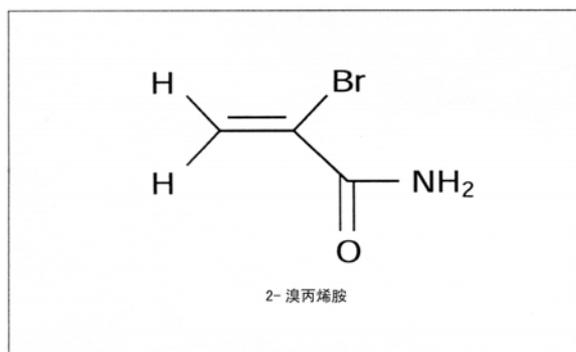


图 1 丙烯酰胺溴化衍生体(2-溴丙烯酰胺)的结构式

在实际测定中, 使用醋酸乙脂提取水试样, 浓缩 50 倍后进行分析。因此最终提取溶液的醋酸乙脂溶液浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$ 和 1.0 $\mu\text{g/L}$ 相当于评价基准值和目标定量下限的浓度。

此外, 有关工作曲线的制作, 在溶解于甲醇的丙烯酰胺溶液中添加 BLANK 水, 按实际样品一样进行提取、溴化的操作。

图 2 是丙烯酰胺标准溶液 100 $\mu\text{g/L}$ (醋酸乙脂溶液浓度: 相当于水中浓度 2 $\mu\text{g/L}$) 的色谱图。图 3 是相当于定量下限值的丙烯酰胺标准溶液 1.0 $\mu\text{g/L}$ (醋酸乙脂溶液浓度: 相当于水中浓度 0.02 $\mu\text{g/L}$) 的色谱图。图 4 是工作曲线。

自来水提取试样的色谱图(未检测出丙烯酰胺)如图 5 所示。

从添加有丙烯酰胺, 相当于水中浓度 0.1 $\mu\text{g/L}$ 的自来水提取的试样的色谱图如图 6 所示。

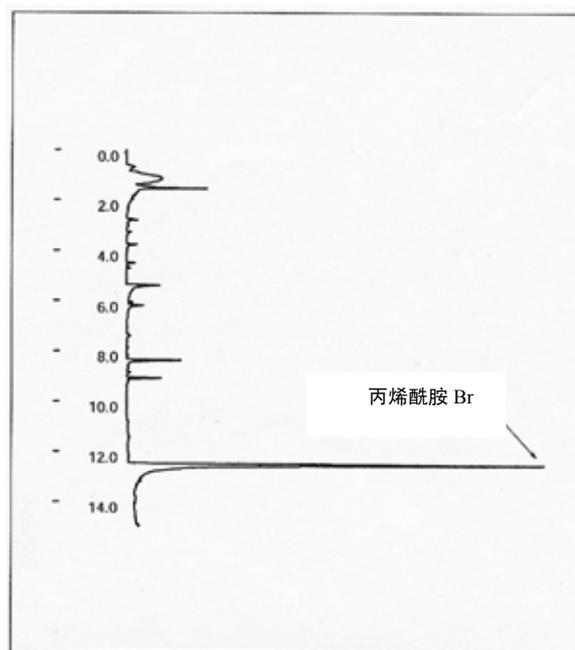


图 2 丙烯酰胺溴化衍生体标准溶液的色谱图
(醋酸乙酯中 100 $\mu\text{g/L}$)

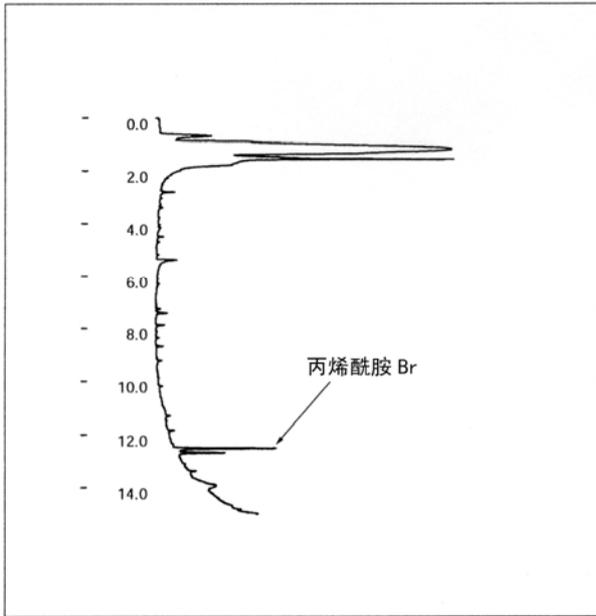


图3 相当于目标定量下限值的丙烯酰胺溴化衍生体的色谱图(1µg/L 醋酸乙酯中)

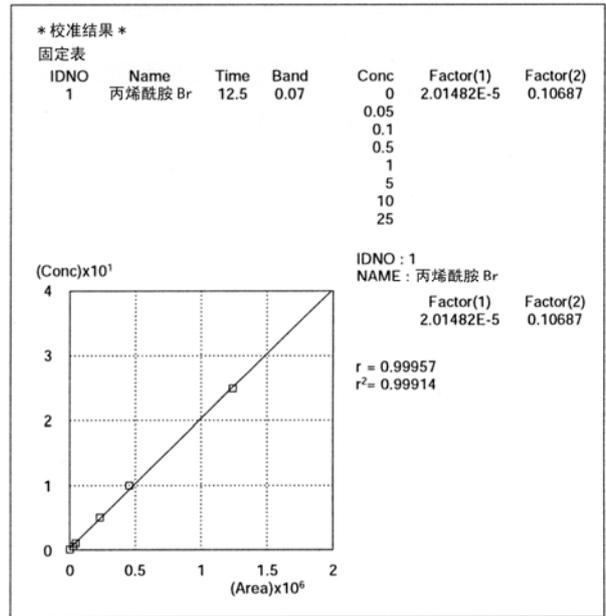


图4 溴化丙烯酰胺的工作曲线

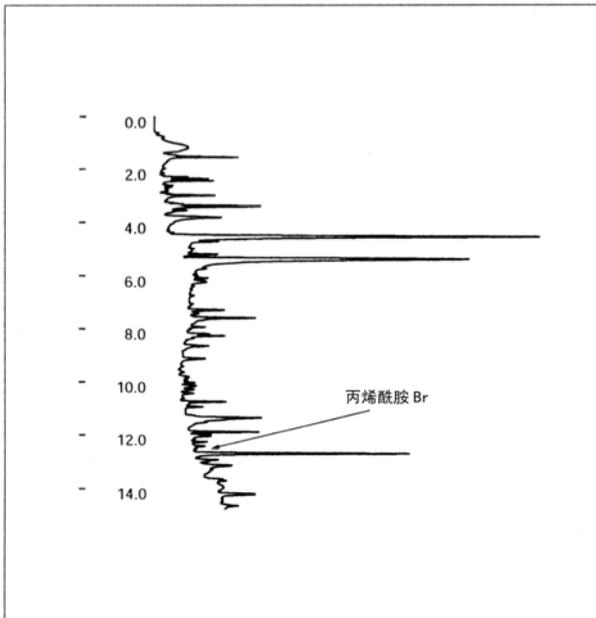


图5 自来水提取的试样的色谱图

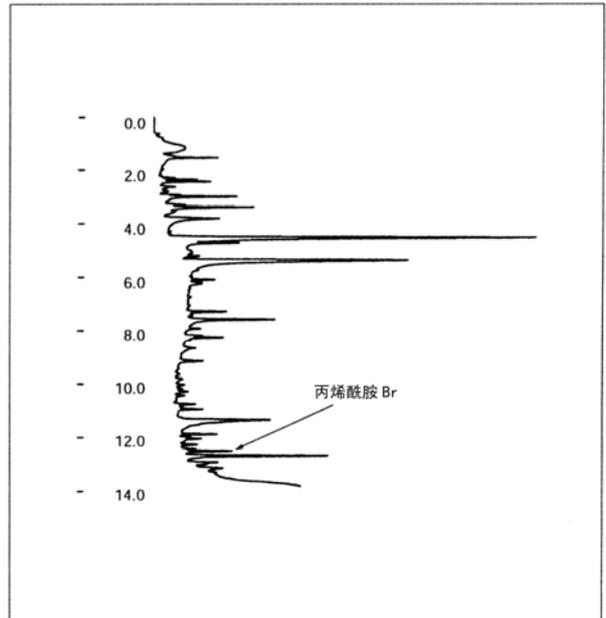


图6 从添加了丙烯酰胺的自来水提取的试样的色谱图(相当于水中浓度 1µg/L)