

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

---

环境空气和废气  
酰胺类化合物的测定 液相色谱法

Ambient air and waste gas-Determination of amide compounds

-Liquid chromatography

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

---

环 境 保 护 部 发布



# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	5
9 精密度和准确度.....	5
10 质量保证和质量控制.....	5
11 废物处理.....	6
附录 A（资料性附录）方法的精密度和准确度汇总表.....	7

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范环境空气和废气中酰胺类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定环境空气和废气中酰胺类化合物的液相色谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：大连市环境监测中心。

本标准验证单位：沈阳市环境监测中心站、陕西省环境监测中心站、鞍山市环境监测中心站、锦州市环境监测中心站、抚顺市环境监测中心和营口市环境监测中心站。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 环境空气和废气 酰胺类化合物的测定 液相色谱法

## 1 适用范围

本标准规定了测定环境空气和废气中酰胺类化合物的液相色谱法。

本标准适用于环境空气和废气中酰胺类化合物（甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺）的测定。

当环境空气采样体积为 30 L，吸收液 10 ml 时，本方法甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺的检出限分别为 0.03 mg/m<sup>3</sup>、0.02 mg/m<sup>3</sup>、0.03 mg/m<sup>3</sup> 和 0.02 mg/m<sup>3</sup>，测定下限分别为 0.12 mg/m<sup>3</sup>、0.08 mg/m<sup>3</sup>、0.12 mg/m<sup>3</sup> 和 0.08 mg/m<sup>3</sup>；当废气采样体积为 15L，吸收液 50 ml 时，本方法甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺和丙烯酰胺的检出限分别为 0.3 mg/m<sup>3</sup>、0.2 mg/m<sup>3</sup>、0.3 mg/m<sup>3</sup> 和 0.2 mg/m<sup>3</sup> 测定下限分别为 1.2 mg/m<sup>3</sup>、0.8 mg/m<sup>3</sup>、1.2 mg/m<sup>3</sup> 和 0.8 mg/m<sup>3</sup>。

## 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 16157	固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法
GB 16297	大气污染物综合排放标准
HJ/T 55	大气污染物无组织排放监测技术导则
HJ/T 194	环境空气质量手工监测技术规范

## 3 方法原理

用装有水吸收液采样管对环境空气和废气中的酰胺类化合物进行富集浓缩，吸收液经 0.22 μm 滤膜过滤，用高效液相色谱仪进行检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

4.1 乙腈（CH<sub>3</sub>CN）：色谱级。

4.2 甲酰胺标准溶液： $\rho=5000\ \mu\text{g}/\text{ml}$ ，溶剂为水。

4.3 N,N-二甲基甲酰胺：纯度 99.8%。

4.4 N,N-二甲基乙酰胺：纯度 99.5%。

4.5 丙烯酰胺：纯度 99.0%。

4.6 酰胺类化合物标准储备液：

准确称取 0.100 g、0.100 g 和 0.050 g（准确至±0.0001 g）的 N,N-二甲基甲酰胺（4.3）、

N,N-二甲基乙酰胺（4.4）和丙烯酸酰胺（4.5），用水稀释至 100 ml 容量瓶中，配制成 N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、丙烯酸酰胺混合标准溶液浓度分别为 1.0 mg/ml、1.0 mg/ml 和 0.5 mg/ml 的酰胺类标准贮备液。或购买有证标准溶液。

#### 4.7 酰胺类化合物标准使用溶液：

用微量注射器取酰胺类化合物标准储备液（4.6）100  $\mu\text{l}$ ，及甲酰胺（4.2）20.0  $\mu\text{l}$ ，加水定容至 10 ml 容量瓶，配制成甲酰胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、丙烯酸酰胺混合标准溶液浓度分别为 10.0  $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{ml}$  和 5.0  $\mu\text{g}/\text{ml}$  的标准使用溶液。

## 5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 反相 C18 色谱柱：填料为硅胶键合 C18，侧链为二异丁基，粒径 5  $\mu\text{m}$ ，内径 4.6 mm，柱长 150 mm。

5.3 大气采样器：流量 0.1~2.0 L/min（精度：0.1 L/min）。

5.4 智能双路采样器：流量 0.5~2.0 L/min（精度：0.1 L/min）。

5.5 微量注射器：10  $\mu\text{l}$ 、50  $\mu\text{l}$ 、100  $\mu\text{l}$ 、500  $\mu\text{l}$  和 1000  $\mu\text{l}$ 。

5.6 水相针式滤器：13 mm $\times$ 0.22  $\mu\text{m}$ 。

5.7 容量瓶：10 ml。

5.8 多孔玻板吸收管：见图 1（a）。

5.9 多孔玻板吸收瓶：见图 1（b）。

5.10 天平：精度为 0.0001 g。

5.11 其他实验室常用设备。

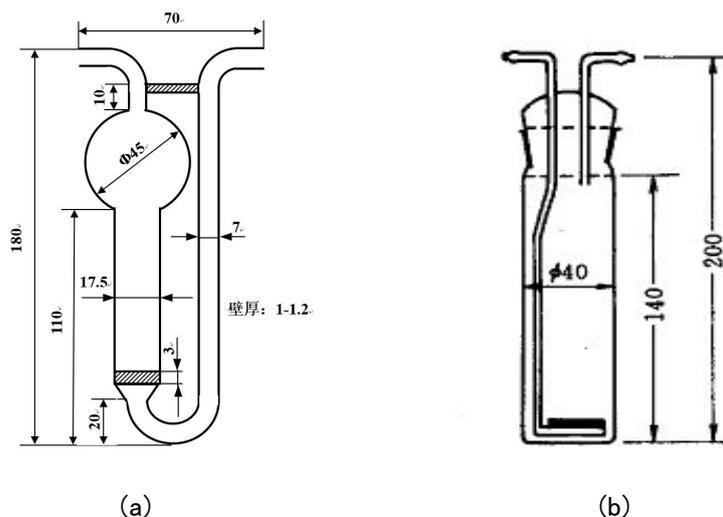


图 1 多孔玻板吸收管（瓶）（单位：mm）

## 6 样品

### 6.1 样品的采集

采样前，打开抽气泵以1.0 L/min流量抽气约5分钟，置换采样系统的空气。

#### 6.1.1 环境空气样品

(1) 采样时间：按照HJ/T 194的相关规定执行。

(2) 采样：在采样点，将装有10.0 ml水的多孔玻板吸收管（图1-a），以0.5 L/min流量采集60 min空气样品，同时记录采样点的温度和大气压等。

#### 6.1.2 无组织排气样品

(1) 布点、采样时间：按照HJ/T 55的相关规定执行。

(2) 采样：在采样点，将装有10.0 ml水的多孔玻板吸收管（图1-a），以0.5 L/min流量采集60 min空气样品，同时记录采样点的温度和大气压等。

#### 6.1.3 有组织排气样品

(1) 布点：按照 GB/T16157 的相关规定执行。

(2) 采样时间：按照 GB16297 的相关规定执行。

(3) 采样：在采样点，将装有 50.0 ml 水的多孔玻板吸收瓶（图 1-b），以 1.0 L/min 流量采集 15 min 废气样品，也可根据现场的实际情况而定，对于敏感性区域的采样，也可将采样周期适当缩短，同时记录采样点的温度和大气压等。

### 6.2 样品的运输与保存

采样后，封闭吸收管的进口气口，直立置于清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存7d。

### 6.3 试样的制备

用采过样的吸收液洗涤吸收管的进气管内壁3次，摇匀后，将吸收液倒入具塞试管中，用带0.22 μm水相针式滤器过滤后供测定。

### 6.4 空白试样的制备

每次采样时应至少带一个空白试样，即将同批制备好的采样管带至采样现场，打开其两端，不进行采样，持续一个采样周期，采样结束后，同采样的采样管一样封闭两端，将其置于密闭容器中带回实验室，按照与 6.3 相同步骤制备空白试样。

## 7 分析步骤

### 7.1 液相色谱参考条件

柱温：30℃；

流动相：水：乙腈=97:3（v/v）；

检测波长：198 nm；

进样量：5.0 μl；

流速：0.5 ml/min。

## 7.2 校准

### 7.2.1 标准系列的制备

分别量取适量的甲酰胺（4.2）、酰胺类标准储备液（4.6）和酰胺类标准使用溶液（4.7），用水稀释，制备至少 5 个浓度点的混合标准系列。配制标准系列浓度见表 1。

表 1 酰胺类标准系列浓度

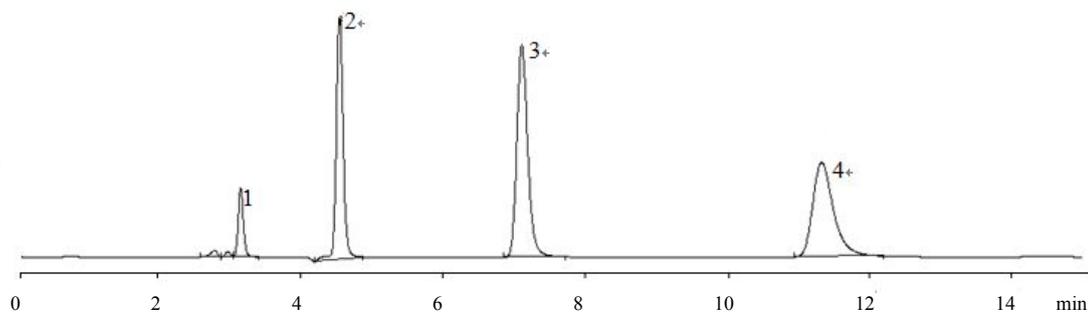
序号	标准系列浓度 (μg/ml)			
	甲酰胺	丙烯酰胺	N,N-二甲基甲酰胺	N,N-二甲基乙酰胺
1	0.1	0.05	0.1	0.1
2	0.5	0.25	0.5	0.5
3	5.0	2.5	5.0	5.0
4	20.0	10.0	20.0	20.0
5	50.0	25.0	50.0	50.0

### 7.2.2 校准曲线的绘制

通过自动进样器分别移取 5 种标准系列浓度（表 1）5.0 μl，注入液相色谱，按照液相色谱参考条件（7.1）进行测定，得到各不同浓度的酰胺类化合物的色谱图。以峰高或峰面积为纵坐标，浓度（μg/ml）为横坐标，绘制酰胺类化合物校准曲线。

### 7.2.3 标准样品色谱图

图 2 为在本标准规定的色谱条件下，酰胺类化合物的标准色谱图。



1—甲酰胺；2—丙烯酰胺；3—N,N-二甲基甲酰胺；4—N,N-二甲基乙酰胺

图 2 酰胺类化合物的标准色谱图

## 7.3 测定

取 5.0 μl 待测样品按照液相色谱参考条件（7.1）进行测定，记录色谱峰的保留时间和色谱峰高（或峰面积）。

### 7.3.1 定性分析

根据酰胺类化合物标准色谱图的保留时间定性。如有干扰，可以采用双波长或液质联机定性。

### 7.3.2 定量分析

用外标法定量计算样品中的酚类化合物浓度。

### 7.3.3 空白试验

取 5.0  $\mu\text{l}$  空白试样（6.4）按照液相色谱参考条件（7.1）进行测定。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 结果计算

环境空气和废气中酰胺类化合物的浓度（ $\text{mg}/\text{m}^3$ ）按照公式（1）进行计算。测定结果保留三位有效数字。

$$C = \frac{V_1 C_1}{V_s} \quad \text{式 (1)}$$

式中：C—样品中酰胺类化合物的浓度， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；

$C_1$ —根据校准曲线计算出酰胺类化合物的浓度， $\text{g}/\text{ml}$ ；

$V_1$ —吸收液总体积， $\text{ml}$ 。

$V_s$ —标准状态下（101.3kPa，273.2K）的采样体积，L。

### 8.2 结果表示

对于环境空气和无组织排放废气，当测定值小于  $1 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留至小数点后两位；当测定值大于等于  $1 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留三位有效数字。

对于有组织废气，当测定值小于  $10 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留至小数点后一位；当测定值大于等于  $10 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留三位有效数字。

## 9 精密度和准确度

6 家实验室分别对相当于曲线第一点、曲线第二点、曲线第四点 3 种浓度的统一样品进行了测定，实验室内相对标准偏差范围为：0.7%~10.2%；实验室间相对标准偏差范围为：2.3%~4.7%；重复性限范围为：0.02~0.43  $\text{mg}/\text{m}^3$ ；再现性限范围为：0.02~0.47  $\text{mg}/\text{m}^3$ 。

6 家实验室分别对加标量相当于各组分相应校准曲线第一点、曲线第三点、曲线第五点 3 种浓度的实际样品进行了加标分析测定，加标回收率范围为 97.6%~107%。

精密度和准确度结果详见附录 A。

## 10 质量保证和质量控制

10.1 每次分析需重新做校准曲线，校准曲线的相关系数 r 应大于等于 0.999。

### 10.2 空白试验

每批样品至少测定一个空白样品，测定结果应低于方法检出限。

### 10.3 平行样品测定

每批样品应至少测定 10%的平行双样，当样品量小于 10 个时，应至少测定一个平行双样，两次平行测定结果的相对标准偏差应小于等于 25%。

### 10.4 样品加标测定

每批样品需进行 10%加标回收率的测定，加标回收率的范围为 80-120%。

## 11 废物处理

实验中产生的所有废液和废物（包括检测后的残液）应置于密闭容器中保存，委托有资质的单位回收处理。

附录 A

(资料性附录)

方法的精密度和准确度汇总表

六家实验室分别对三种不同浓度的统一样品进行了测定。精密度和准确度结果见附表 A.1。

附表 A.1 方法的精密度和准确度汇总表

名称	CAS 号	浓度 ( mg/m <sup>3</sup> )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ( mg/m <sup>3</sup> )	再现性限 ( mg/m <sup>3</sup> )	加标量 ( μg)	加标回收率 (%)
甲酰胺	75-12-7	0.17	3.4-10.1	3.1	0.04	0.04	5.0	107±6.4
		0.67	2.1-6.7	2.4	0.09	0.10	50	102±5.2
		3.33	0.7-4.9	3.0	0.28	0.39	250	100±3.2
N,N-二甲 基甲酰胺	68-12-2	0.17	3.5-6.5	4.7	0.03	0.04	5.0	103±9.6
		0.67	3.3-5.7	4.2	0.09	0.11	50	97.6±4.6
		3.33	3.2-5.6	3.1	0.39	0.46	200	100±4.4
N,N-二甲 基乙酰胺	127-19-5	0.17	4.0-8.1	4.6	0.03	0.04	5.0	104±9.6
		0.67	3.5-6.3	4.6	0.10	0.13	50	97.7±6.0
		3.33	3.4-6.1	2.8	0.43	0.47	200	99.0±6.0
丙烯酰胺	79-06-1	0.08	3.6-10.2	4.3	0.02	0.02	2.5	103±9.0
		0.33	3.3-7.0	4.1	0.05	0.06	25	101±4.6
		1.67	2.7-4.4	2.5	0.16	0.19	100	101±5.0