



使用 AgilentBond Elut Plexa SPE 和高效液相色谱测定饮用水中的酚类

应用简报

环境分析

作者

Andy Zhai
安捷伦科技公司
英伦路 412 号
上海市外高桥自由贸易区
邮编 200131
中国

摘要

本文开发并验证了一种可同步测定饮用水中 11 种酚类化合物的方法。使用 AgilentBond Elut Plexa 柱通过固相萃取 (SPE) 对分析物进行萃取, 并采用 AgilentPoroshell 120 色谱柱通过高效液相色谱进行分离。总体回收率在 87% 到 108% 范围内, 相对标准偏差在 1.4% 到 6.7% 之间。该方法是一种集萃取、富集以及分析饮用水中多种酚类化合物为一体的简便、有效的方法。


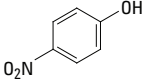

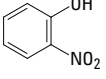
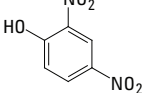
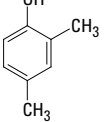
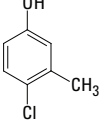
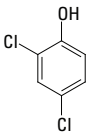
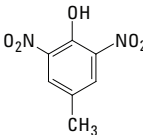
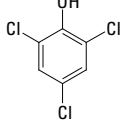
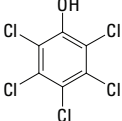
引言

酚类物质是危害人类与环境的化合物, 当其氯化时会导致水中具有金属气味。这类化合物常常作为水污染物进入环境, 因此酚类物质的分析测定是必不可少的。本应用简报描述了使用 AgilentBond Elut Plexa 柱样品萃取、纯化、富集方法的开发, 以及使用 AgilentPoroshell 120 色谱柱与高效液相色谱对样品进行分离和定量的方法。与 EPA 604 一致, 选择 11 种酚类化合物来进行分析 [2]。本研究所使用化合物的结构与 pKa 如表 1 所示。



Agilent Technologies

表 1. 本研究使用的酚类

编号	名称	pKa	结构
1	苯酚	9.89	
2	4-硝基酚	7.08	
3	2-氯酚	8.56	
4	2-硝基酚	7.22	
5	2,4-二硝基苯酚	4.09	
6	2,4-二甲基苯酚	10.6	
7	4-氯-3-甲基苯酚	9.56	
8	2,4-二氯酚	7.68	
9	4,6-二硝基邻甲酚		
10	2,4,6-三氯酚	7.41	
11	五氯酚	4.92	

实验部分

试剂与化学品

标准溶液与其他化学品均购自 Sigma-Aldrich 公司（美国密苏里州圣路易斯）。所有试剂和溶剂均为 HPLC 级或分析纯。甲醇、乙腈、水和四氢呋喃均来自 Honeywell 公司（美国密歇根州马斯基根）。甲酸 (FA) 来自 Fluka 公司 (Sleinheim, 德国)。

标准溶液

用甲醇制备标准溶液（苯酚、2-硝基酚、2-氯酚、2,4-二氯酚、2,4-二甲基苯酚均为 500 µg/mL；2,4-二硝基苯酚和 2,4,6-三氯酚均为 1500 µg/mL；4-氯-3-甲基苯酚、4,6-二硝基邻甲酚、4-硝基酚、五氯酚均为 2500 µg/mL）。使用含 0.1% 甲酸的 1:1 乙腈:水每日制备新鲜的 QC 加标溶液。

仪器和材料

仪器	Agilent 1200 系列高效液相色谱系统
色谱柱	Agilent Poroshell 120 SB-C18 柱, 2.1 x 100 mm, 2.7 µm (部件号 685775-902)
固定相	
萃取	Agilent Bond Elut Plexa 柱, 60 mg, 3 mL (部件号 12109603)
多管真空装置	Agilent Vac Elut 20 高玻璃底槽真空装置 (部件号 12234104)

高效液相色谱条件

流动相	A: 0.1% 甲酸水溶液 B: 0.1% 甲酸的乙腈溶液	
梯度	时间 (min)	B (%)
	0	15
	10	50
	11	90
	12	90
	12.5	15
	14	15
流速	0.4 mL/min	
检测条件	UV, 280 nm	
进样量	40 µL	

样品前处理

饮用水购自当地一家超市。将磷酸溶液 (0.1 mol/L) pH 值调节至 2.0 制备 250 mL 水样品。Agilent Bond Elut Plexa 柱经过 3 mL 四氢呋喃与 3 mL 甲醇预处理, 之后使用 3 mL 水进行平衡。250 mL 样品在真空条件下以 5 mL/min 的流速通过色谱柱。在样品完全通过色谱柱后, 使用 2 mL 水冲洗并弃去冲洗液。随后在低于 2.0 kPa 的负压下对色谱柱干燥 3 min。最后, 使用 3 mL 四氢呋喃对柱进行洗脱。收集到的洗脱液在室温条件氮气流下浓缩到约 0.2 mL。所得溶液用水精确定容至 0.5 mL。然后溶液通过 0.45- μ m 滤膜 (部件号 5185-5836) 过滤, 使用高效液相色谱进行分析。固相萃取的提取步骤见图 1 所示。

结果与讨论

将饮用水通过整个萃取和样品纯化过程制备得到空白基质材料。外标校准曲线是由不同浓度的空白基质加标绘制。使用峰面积和加标浓度计算酚类的线性回归。方法的精密度通过对饮用水加标酚类进行固相萃取流程处理之后, 对其回收率进行测定, 每个浓度重复分析 6 次。空白样品、加标样品与标准品的色谱图如图 2 所示。线性、回收率与重现性数据见表 2。

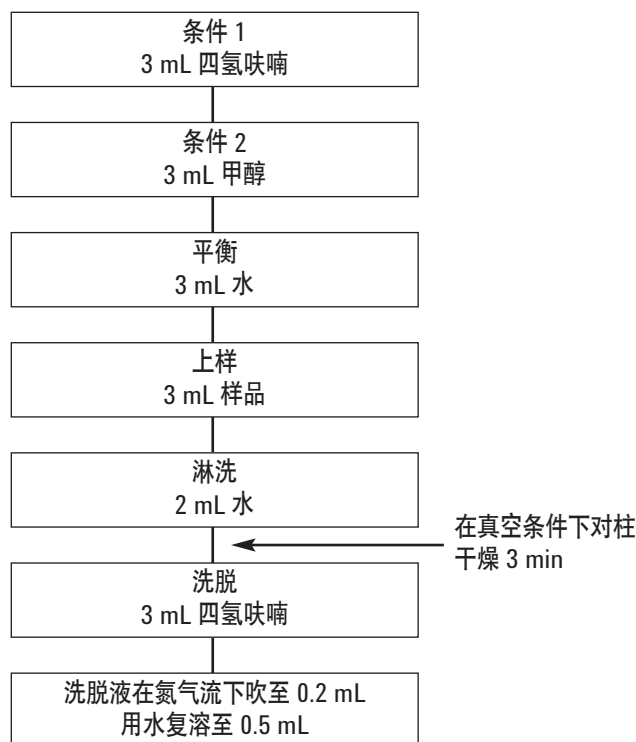


图 1. 水中酚类的固相萃取流程

表 2. 使用固相萃取测定饮用水中酚类的线性、回收率与相对标准偏差

化合物	回归方程	相关系数	加标水平 (μ g/L)	回收率 (%)	RSD (n=6, %)
苯酚	$Y = 75.621x - 0.1425$	0.9995	2.5	96.7	5.1
4-硝基酚	$Y = 82.313x - 0.0897$	0.9992	12.5	98.2	1.4
2-氯酚	$Y = 103.267x - 0.2578$	0.9986	2.5	93.7	5.6
2-硝基酚	$Y = 68.304x + 0.0752$	0.9993	2.5	92.6	4.8
2,4-二硝基苯酚	$Y = 75.366x - 0.2335$	0.9997	7.5	99.3	2.8
2,4-二甲苯酚	$Y = 66.689x - 0.1226$	0.9984	2.5	99.5	6.2
4-氯-3-甲基苯酚	$Y = 76.407x + 0.0571$	0.9991	12.5	87.3	3.7
2,4-二氯酚	$Y = 59.018x - 0.2639$	0.9979	2.5	91.5	2.3
4,6-二硝基邻甲酚	$Y = 125.735x + 0.3428$	0.9996	12.5	90.6	1.9
2,4,6-三氯酚	$Y = 70.028x - 0.1112$	0.9989	7.5	96.4	2.9
五氯酚	$Y = 62.135x + 0.1457$	0.9991	12.5	108.2	6.7

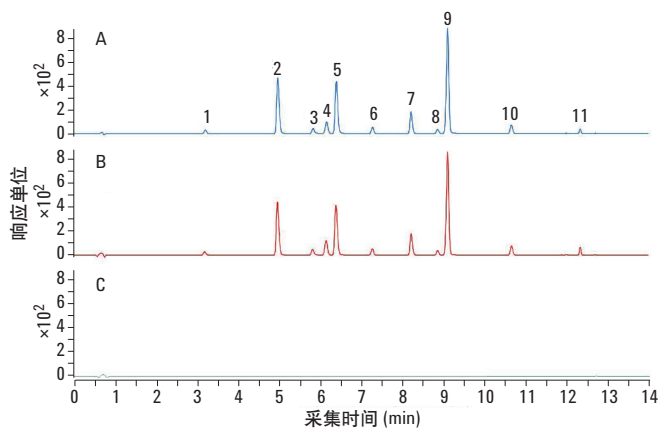


图 2. 色谱图: A: 空白基质制备的标准品溶液; B: 经固相萃取过程处理的饮用水中加标准品; C: 经固相萃取过程处理的饮用水空白样品。1) 苯酚, 2) 4-硝基苯酚, 3) 2-氯酚, 4) 2-硝基苯酚, 5) 2,4-二硝基苯酚, 6) 2,4-二甲苯酚, 7) 4-氯-3-甲基苯酚, 8) 2,4-二氯酚, 9) 4,6-二硝基邻甲酚, 10) 2,4,6-三氯酚, 11) 五氯酚。

结论

Agilent Bond Elut Plexa 柱为饮用水中多种酚类化合物的萃取与富集提供了一种简便有效的单一柱方法。由于标准溶液的回收率和重现性结果对于饮用水中酚类残留物的测定来说均比较理想。水中的杂质含量微小, 不会干扰所分析的任何一种酚类化合物。

参考文献

1. William J. Long 和 Anne E Mack (2010), “使用Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱快速分析环境中的酚类”。安捷伦科技公司出版物 5990-6156CHCN。
2. 美国国家环境保护局。方法 604 – 酚类。

如需更多信息

这些数据仅代表典型结果。有关我们的产品和服务的详细信息, 请访问我们的网站: www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2012

中国印制

2012年1月6日

5990-9730CHCN



Agilent Technologies