

Определение бензола и его производных в воде с помощью системы ГХ Agilent 8890 и парофазного пробоотборника Agilent 8697

Автор

Юцзюан Чжан (Youjuan Zhang)
Agilent Technologies, Inc.

Аннотация

Данные рекомендации по применению описывают метод определения бензола и его производных по методике HJ 1067-2019 (Китайский промышленный стандарт защиты окружающей среды). Показано, что парофазный пробоотборник Agilent 8697 в сочетании с системой ГХ Agilent 8890 и пламенно-ионизационным детектором (ПИД) позволяет надежно и недорого определять в воде бензол и его аналоги.

Введение

Стандарт HJ 1067-2019 описывает методику определения бензола и его аналогов в воде с помощью ГХ с парофазным пробоотбором и ПИД. Методика определяет параметры экстракции, анализа, идентификации и количественного определения.

Данные, представленные в этих рекомендациях по применению, демонстрируют, что парофазный пробоотборник Agilent 8697 в сочетании с системой ГХ Agilent 8890 обеспечивает точное и надежное определение бензола и некоторых его производных в воде. Эта система с легкостью достигает аналитических характеристик для определения этих соединений, соответствующих требованиям методики HJ 1067-2019. Согласно результатам, калибровочные кривые для определяемых соединений соответствуют требованиям методики, а коэффициенты корреляции значительно превышают 0,999. Для каждого соединения определялось относительное стандартное отклонение (ОСО). ОСО площади пика (%) находилось в диапазоне от 1,3 до 2,4%, а ОСО времени удерживания (%) составило менее 0,045%. Для всех соединений пределы обнаружения методики (ПОМ) не превышали 0,2 мкг/л. Для всех соединений были получены удовлетворительные степени извлечения в диапазоне от 99,1 до 101,7%.

Экспериментальная часть

Вещества и реагенты

Все использованные реагенты и растворители соответствовали квалификации «для ВЭЖХ» или «ч. д. а.». Все индивидуальные стандарты ароматических соединений были приобретены в компании ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc.

Растворы и стандарты

Смешанные базовые растворы стандартов готовились добавлением заданного количества каждого из индивидуальных стандартов. Базовый раствор восьми соединений с концентрацией 1 000 мкг/мл готовился в растворе метанола. Промежуточные стандарты с концентрацией от 10 до 100 мкг/мл готовились в метаноле.

Для приготовления калибровочных стандартов для каждой концентрации брались шесть виал для парофазного пробоотборника, в которые вносились по 3 г хлорида натрия, 10 мл сверхчистой воды и заданное количество базового раствора и промежуточного стандарта до нужной концентрации. Калибровочные стандарты готовились для стандартных концентраций 10, 20, 50, 200, 500 и 2 000 мкг/л. Перед помещением проб в лоток парофазного пробоотборника виалы встряхивались до полного растворения хлорида натрия.

Рабочие параметры оборудования

Для разделения использовался парофазный пробоотборник Agilent 8697, подключенный к системе ГХ Agilent 8890 с ПИД. Для сбора и обработки данных использовался пакет Agilent OpenLab CDS 2.5. Рабочие параметры оборудования приведены в табл. 1.

Таблица 1. Рабочие параметры оборудования.

Параметр	Значение
Парофазный пробоотборник Agilent 8697	
Объем петли инжектора	1 мл
Газ наддува	Азот
Температура термостата	80 °C
Температура в петле	80 °C
Температура транспортной линии	100 °C
Продолжительность уравнивания виалы	40 мин
Продолжительность ввода	0,5 мин
Объем виалы	20 мл
Давление наддува	15 psi (1,03 бара)
Режим наполнения петли инжектора	По умолчанию
Встряхивание виалы	Уровень 8
Система ГХ Agilent 8890	
Испаритель	С делением потока / без деления потока, 200 °C, коэффициент разделения 10:1 Лайнер: без сужений, деактивированный, внутренний диаметр – 2 мм (кат. № 5181-8818)
Колонка	Колонка для ГХ Agilent J&W HP-INNOWax, 30 м × 0,32 мм, 0,5 мкм (кат. № 19091N-2131)
Газ-носитель	Азот, постоянный поток с расходом 2 мл/мин
Термостат	40 °C в течение 5 мин, 5 °C/мин до 80 °C, выдержка 5 мин, 30 °C/мин до 200 °C, выдержка 5 мин
ПИД	250 °C, водород: 30 мл/мин, воздух: 300 мл/мин

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 показана типичная хроматограмма, полученная на системе ГХ с ПИД и парофазным пробоотборником для восьми ароматических соединений в концентрации 200 мкг/л. Система демонстрирует отличную разрешающую способность и форму пиков для всех соединений. Как показано на рис. 1, колонка HP-INNOWax позволила разделить этилбензол, *p*-ксилол и *m*-ксилол до базовой линии.

Калибровочные кривые для ароматических соединений продемонстрировали отличные характеристики. Все калибровочные кривые по всему исследованному диапазону показали отличную линейность с коэффициентом корреляции (R^2) 0,9998 и более для всех соединений. На рис. 2 показаны полученные на этой системе калибровочные кривые бензола и этилбензола. В табл. 2 приведены значения R^2 для всех соединений. Повторяемость ($n = 8$) определялась для концентраций 20 и 200 мкг/л. ОСО площади пика (%) находилось в диапазоне от 1,3 до 2,4%, а ОСО времени удерживания (%) составило менее 0,045%, как показано в табл. 3.

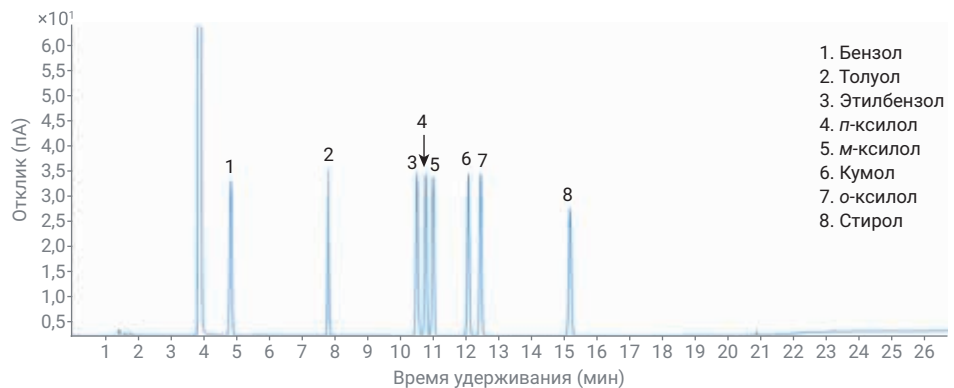


Рисунок 1. Хроматограмма восьми определяемых соединений в концентрации 200 мкг/л.

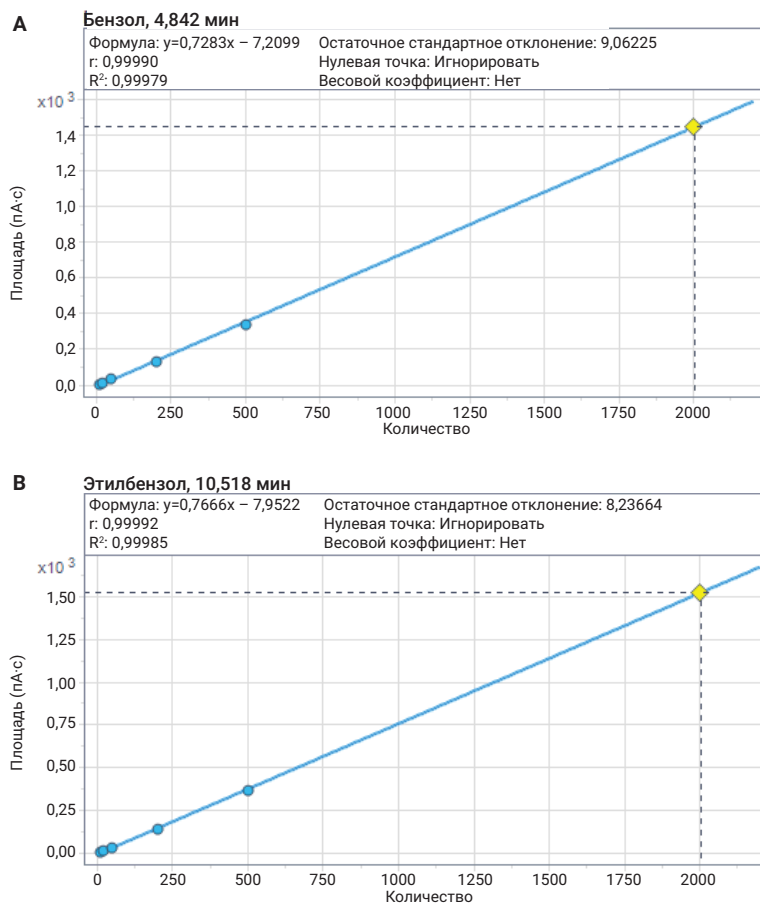


Рисунок 2. (А) Калибровочная кривая для бензола в концентрации от 10 до 2 000 мкг/л. (В) Калибровочная кривая для этилбензола в концентрации от 10 до 2 000 мкг/л.

Для расчета предела обнаружения методики (ПОМ) применялось соотношение «сигнал – шум». Для проверки ПОМ использовался стандарт с концентрацией 2 мкг/л, а значения для всех соединений приведены в табл. 3. Для всех соединений ПОМ не превышали 0,2 мкг/л, что соответствует требованиям методики НД 1067-2019.

Степени извлечения для методики определялись путем анализа проб воды с добавлением и без добавления стандарта. В водопроводную воду вносились стандарты бензола и его производных до концентрации 200 мкг/л. По одной и той же методике анализировались параллельно шесть проб воды с добавками. Степень извлечения рассчитывалась по уравнению 1.

Конц. пробы с добавкой: рассчитанная по калибровочной кривой концентрация пробы с добавкой.

Конц. пробы без добавки: рассчитанная по калибровочной кривой концентрация пробы без добавки.

Конц. добавленная: концентрация ароматических соединений, добавленных в пробу воды (200 мкг/л).

Данные о степенях извлечения приведены в табл. 3 и показывают, что при концентрации 200 мкг/л степень извлечения колебалась от 99,1 до 101,7%.

Таблица 2. Значения R² для бензола и его производных для калибровочных стандартов в диапазоне от 10 до 2 000 мкг/л в данном исследовании.

№	Название	ВУ	Формула	R ²
1	Бензол	4,839	$y = 0,7283x - 7,2099$	0,9998
2	Толуол	7,807	$y = 0,7677x - 8,5950$	0,9998
3	Этилбензол	10,519	$y = 0,7666x - 7,9522$	0,9999
4	п-ксилол	10,771	$y = 0,7541x - 7,7485$	0,9999
5	м-ксилол	10,994	$y = 0,7561x - 7,7873$	0,9999
6	Кумол	12,068	$y = 0,7571x - 5,4705$	0,9999
7	о-ксилол	12,463	$y = 0,7416x - 7,6819$	0,9998
8	Стирол	15,173	$y = 0,7033x - 7,0938$	0,9998

Таблица 3. ОСО, ПОМ и степень извлечения для бензола и его производных.

№	Название	ОСО ВУ, % (n = 8)	ОСО площади пика, % (n = 8)		ПОМ, мкг/л	Средн. степень извлечения, % (n = 6) 200 мкг/л
			20 мкг/л	200 мкг/л		
1	Бензол	0,045	1,77	1,74	0,16	101,7
2	Толуол	0,034	1,66	1,71	0,14	100,5
3	Этилбензол	0,022	1,69	1,62	0,16	99,9
4	п-ксилол	0,030	2,13	1,92	0,16	99,1
5	м-ксилол	0,026	1,82	1,73	0,17	99,7
6	Кумол	0,025	1,30	1,51	0,16	100,2
7	о-ксилол	0,023	1,80	1,74	0,16	100,7
8	Стирол	0,021	2,32	2,40	0,20	100,3

Уравнение 1.

$$\text{Степень извлечения, \%} = \frac{(\text{Конц. пробы с добавкой} - \text{Конц. пробы без добавки})}{\text{Конц. добавленная}} \times 100$$

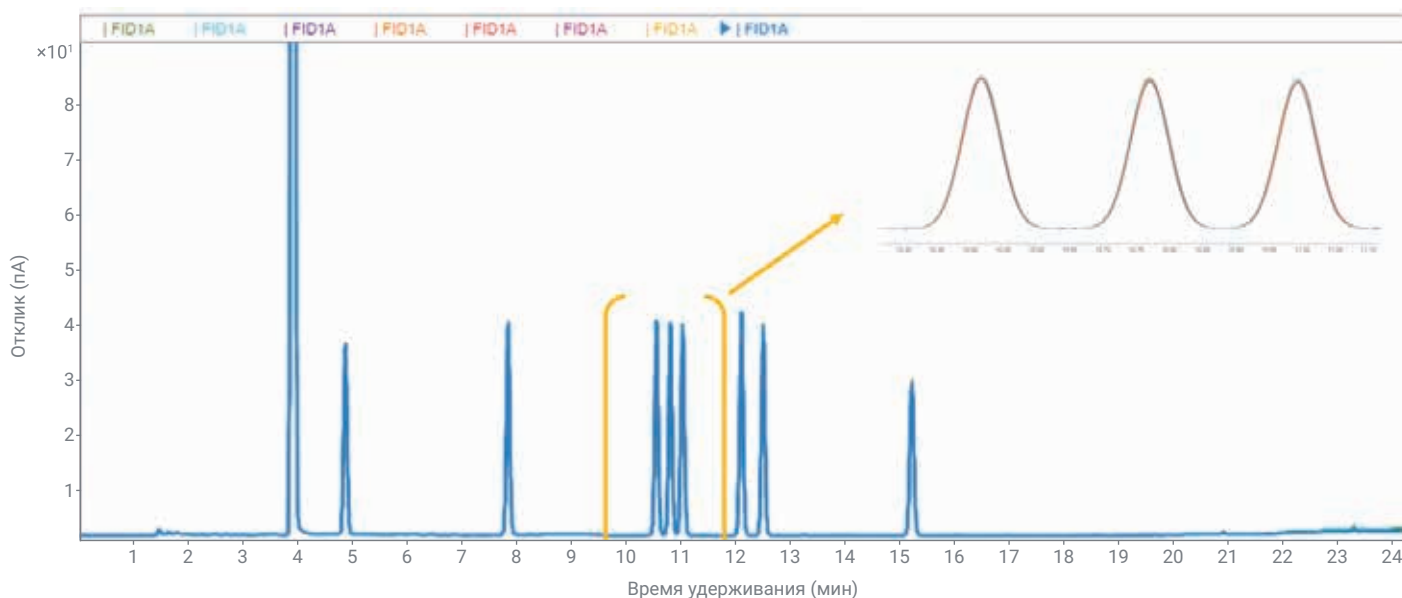


Рисунок 3. Наложенные друг на друга хроматограммы ГХ-ПИД восьми повторных вводов 200 мкг/л.

Выводы

Данные рекомендации по применению демонстрируют, что парофазный пробоотборник Agilent 8697 в сочетании с системой ГХ Agilent 8890 и ПИД — это надежное и недорогое решение для определения бензола и его аналогов в воде. Высокая степень инертности тракта пробы от парофазного пробоотборника до детектора обеспечивает отличную форму пиков, разрешение и повторяемость.

Литература

1. НД 1067-2019. Качество воды. Определение бензола и его аналогов. Газовая хроматография с парофазным пробоотбором. Китайская национальная станция экологического контроля, Министерство экологии и окружающей среды Китая (дата издания: 24 декабря 2019 г.).

www.agilent.com/chem

DE44231.567986111

Информация может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2021
Напечатано в США 18 февраля 2021 г.
5994-3074RU