

固相萃取高效液相色谱法测定废水中苯酚和间甲酚

史 坚

(杭州市环境监测中心站, 浙江 杭州 310007)

摘要:以苯乙烯-二乙烯基苯树脂为固相萃取柱, 萃取废水中的苯酚和间甲酚, 用 MOS-Hypersil 色谱柱进行分离, 不需要调节废水和流动相的 pH 值, 加标回收率大于 89%。

关键词: 酚类; 液相色谱; 固相萃取

中图分类号: O 657.7⁺ 2

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2000)06-0035-01

酚类化合物在水中有较大的溶解度, 采用 GDX 502 树脂作为固定相萃取水中的酚类化合物需在酸性条件下 (pH=2) 进行^[1]。今用苯乙烯-二乙烯基苯树脂作为固定相萃取废水中的苯酚和间甲酚, 不需要调节废水和流动相的 pH 值, 取得了较好的效果。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

液相色谱仪, 配二极管阵列紫外检测器 (HP-1100); 固相萃取装置 (自制); NaOH + KMnO₄ 重蒸蒸馏水; 苯酚、间甲酚标准品; 苯乙烯-二乙烯基苯共聚物树脂固相萃取柱, 北京康林科技有限公司。

1.2 水样萃取

固相萃取柱活化: 6 mL 乙酸乙酯—6 mL 甲醇—6 mL 重蒸水; 加样: 40 mL~100 mL 水样 (视被测组分浓度而定, 如果样品含沉淀物, 需先过滤); 干燥: 真空抽吸 2 min; 洗脱: 在固相萃取柱的出口装上 0.45 μm 滤膜, 用 5 mL 乙酸乙酯分 5 次洗脱, 洗脱液收集在容量瓶中待测。

1.3 色谱条件

色谱流动相 乙腈/重蒸水 = 38/62; 流量 1.5 mL/min; 色谱柱 MOS-Hypersil, 200 mm × 4.6 mm × 5 μm; 紫外波长 272 nm; 进样量 10 μL; 外标法定量。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的分离度和柱效

在此色谱条件下, 杭州某钢铁厂焦化废水样品

中的苯酚和间甲酚均达到基线分离, 见图 1。分离度 R 为 6.31, 塔板数 N 分别为 7992 和 11158。

2.2 方法检测限

最小检测量: 苯酚 0.43 ng, 间甲酚 0.69 ng。

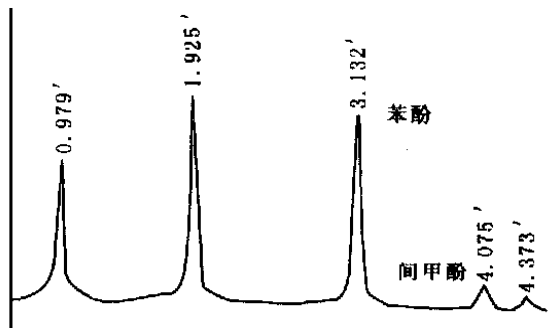


图 1 废水样品的色谱分离

2.3 废水样品的加标回收率

取杭州某钢铁厂焦化废水经适当稀释, 以废水 50 mL 为一份作加标回收率试验。苯酚加标回收率为 90%~97%, 间甲酚的加标回收率为 92%~98%。洗脱液的流速对回收率有影响, 应保持洗脱液呈滴状流出。

[参考文献]

- [1] 王玉平. 水中酚类化合物的高效液相色谱分离与测定 [J]. 中国环境监测. 1998, 14(6): 16~17.

收稿日期: 2000-09-26

作者简介: 史 坚 (1954-), 男, 江苏南京人, 高级工程师, 硕士, 从事高效液相色谱分析方法的应用和研究。

本栏目责任编辑 李延嗣