

Application News

No. L477

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

使用 Prominence-i 和荧光检测器 RF-20Axs 测定水质阴离子表面活性剂

Analysis of Anionic Surfactants by Prominence-i and RF-20Axs Fluorescence Detector

在日本水质标准的相关指令¹⁾中,规定使用荧光检测器 HPLC 法作为阴离子表面活性剂的测定方法²⁾(请参考应用报告 No. L303)。

因为新一体高效液相色谱 Prominence-i 可连接荧光检测器 RF-20A 或 RF-20Axs,从而提高了操作效率和分析准确度。

本文向您介绍使用 Prominence-i 和高灵敏度荧光检测器 RF-20Axs,对阴离子表面活性剂 5 种成分进行分析的示例。

■ 阴离子表面活性剂标准品的分析

Analysis of Standard Anionic Surfactants

图 1 为阴离子表面活性剂 5 种成分的结构式。对含有 C10~C14 各种支链型的混合标准溶液进行测定,将得到的约 20 个峰按照碳原子数分类,并利用面积值的合计(面积和)对样品中的阴离子表面活性剂进行定量。

根据用于分离的色谱柱种类,可分为将相同碳数的支链型表面活性剂作为多个峰识别的色谱柱,以及将其作为 1 个峰识别的色谱柱。

图 2 为根据水质检查方法,对阴离子表面活性剂标准溶液(各 10 mg/L, 5 种成分合计 50 mg/L)进行分析的结果;表 1 为分析条件。表 1 中的浓度相当于本方法中预处理操作(对样品浓缩 250 倍)时的标准浓度。图 3 为使用市售色谱柱(非支链型)进行快速分析的示例。

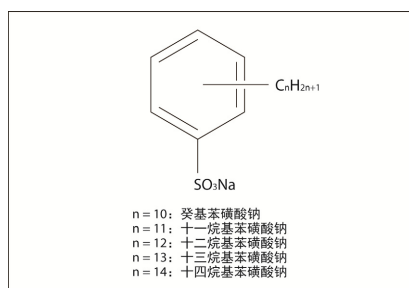


图 1 阴离子表面活性剂的结构式
Structure of Anionic Surfactants

表 1 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱(1)	: Shim-pack VP-ODS (250 mmL. × 4.6 mmI.D., 5 μm)
流速(1)	: 1.0 mL/min
色谱柱(2)	: Wakosil AS-Aqua (250 mmL. × 4.6 mmI.D., 5 μm)
流速(2)	: 0.7 mL/min
流动相	: A) 纯水 B) 乙腈 含 0.1 M 高氯酸钠 B.CONC 65 %
柱温	: 40 °C
进样体积	: 20 μL
检测器	: 荧光检测器 RF-20Axs, Ex at 221 nm, Em at 284 nm

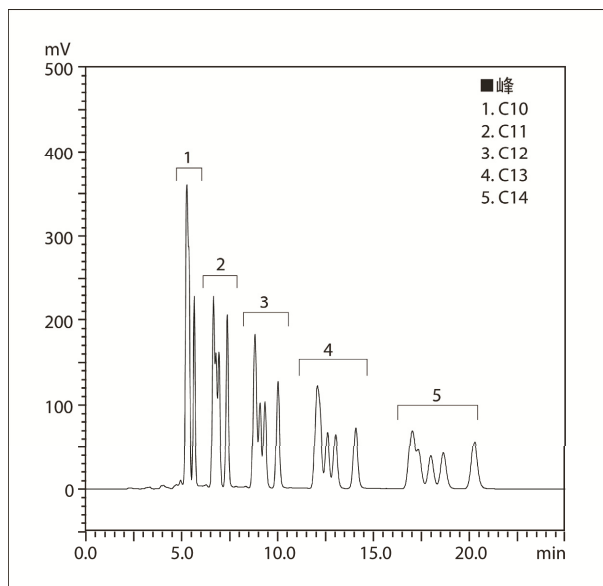


图 2 阴离子表面活性剂 5 种成分的色谱图(使用色谱柱 1)
(各 10 mg/L, 合计 50 mg/L, 注入 20 μL)

Chromatogram of a Standard Mixture of 5 Anionic Surfactants (Using Column 1)
(10 mg/L each, total of 50 mg/L, 20 μL Inj.)

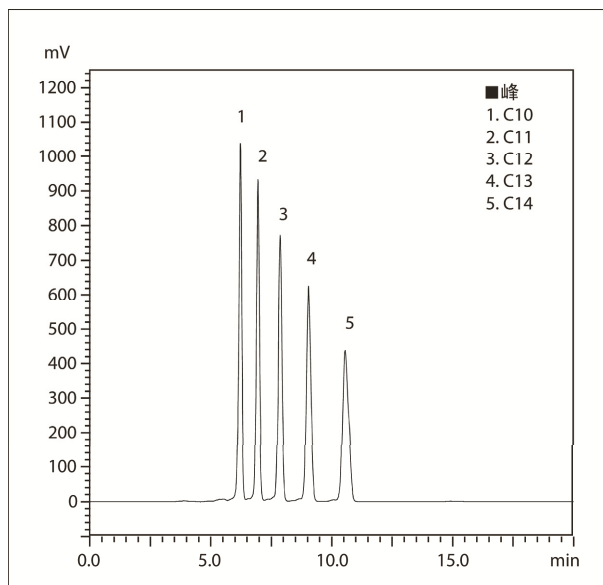


图 3 阴离子表面活性剂 5 种成分的色谱图(使用色谱柱 2)
(各 10 mg/L, 合计 50 mg/L, 注入 20 μL)

Chromatogram of a Standard Mixture of 5 Anionic Surfactants (Using Column 2)
(10 mg/L each, total of 50 mg/L, 20 μL Inj.)

■ 峰面积重复性

Repeatability of Peak Area Values

表 2 和表 3 分别为 6 次重复分析 1 mg/L (上) 和 5 mg/L (下) 阴离子表面活性剂标准溶液得到的面积重复性 (%RSD)。重复性根据各碳原子数计算。

由表可知, 各碳原子数中的下限浓度即 5 mg/L 得到了重复性小于 1% 的结果, 下限浓度的 1/5 浓度即 1 mg/L 也得到了重复性小于 1% 的结果。

表 2 6 次反复分析的面积重复性 (使用色谱柱 1)

上: 分别含 1 mg/L 的标准溶液

下: 分别含 5 mg/L 的标准溶液

Repeatability of Area Values in a Six-Cycle Repeated Analysis (Using Column 1)

Upper: Standard Solution Containing 1 mg/L of Each Substance

Lower: Standard Solution Containing 5 mg/L of Each Substance

1 mg/L (n = 6)					
	C10	C11	C12	C13	C14
%RSD	0.36	0.36	0.47	0.39	0.43
5 mg/L (n = 6)					
	C10	C11	C12	C13	C14
%RSD	0.31	0.31	0.31	0.26	0.3

表 3 6 次反复分析的面积重复性 (使用色谱柱 2)

上: 分别含 1 mg/L 的标准溶液

下: 分别含 5 mg/L 的标准溶液

Repeatability of Area Values in a Six-Cycle Repeated Analysis (Using Column 2)

Upper: Standard Solution Containing 1 mg/L of Each Substance

Lower: Standard Solution Containing 5 mg/L of Each Substance

1 mg/L (n = 6)					
	C10	C11	C12	C13	C14
%RSD	0.39	0.41	0.38	0.6	0.34
5 mg/L (n = 6)					
	C10	C11	C12	C13	C14
%RSD	0.18	0.16	0.16	0.14	0.15

■ 自来水的分析

Analysis of Tap Water

高灵敏度荧光检测器 RF-20Axs 配置具有冷却功能的温控池, 可得到稳定的基线, 并且无需浓缩样品便可直接注入 HPLC, 达到了世界最高水平。

图 4、5 为不进行浓缩而直接向 HPLC 注入自来水的分析示例。谱图中的上方波长为向自来水中添加水质标准项目中所设标准值浓度 (各 0.04 mg/L, 合计 0.2 mg/L)¹⁾ 的阴离子表面活性剂的分析结果; 下方波长为自来水的分析结果。分析条件与表 1 相同。

由图 4 可知, 使用识别支链型色谱柱, 在强度最低峰 (C14 的第 3 个异构体) 处得到了 S/N = 6 的结果。

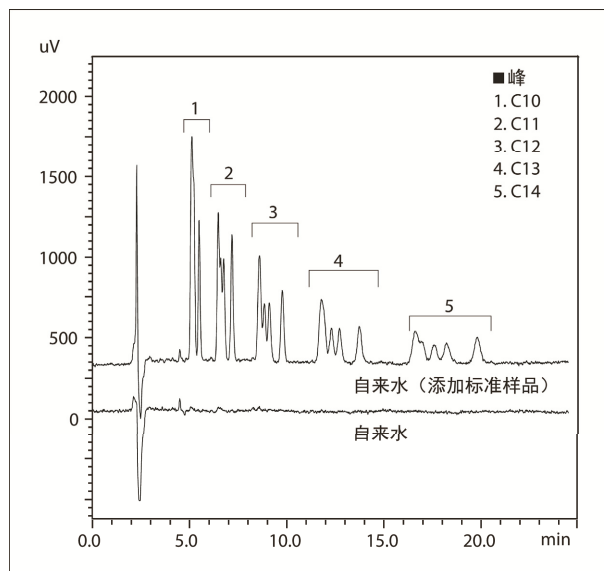


图 4 自来水的色谱图 (注入 20 µL) (使用色谱柱 1)
上: 分别向自来水中添加标准样品 0.04 mg/L, 合计 0.2 mg/L
下: 自来水
Chromatograms of Tap Water (20 µL Inj.) (Using Column 1)
Upper: Water, 0.04 mg/L each, total 0.2 mg/L spiked
Lower: Water

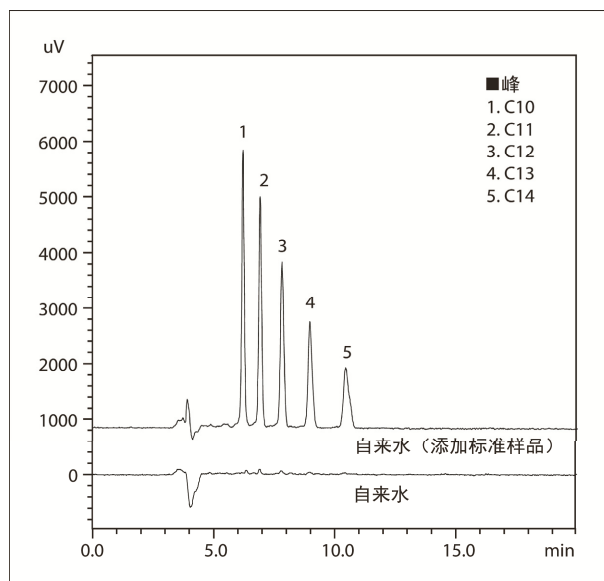


图 5 自来水的色谱图 (注入 20 µL) (使用色谱柱 2)
上: 分别向自来水中添加标准样品 0.04 mg/L, 合计 0.2 mg/L
下: 自来水
Chromatograms of Tap Water (20 µL Inj.) (Using Column 2)
Upper: Water, 0.04 mg/L each, total 0.2 mg/L spiked
Lower: Water

[参考文献]

- 1) 日本厚生劳动省令第 101 号 (2003 年 5 月 30 日), [部分修订 日本厚生劳动省令第 11 号 (2011 年 1 月 28 日)]
- 2) 日本厚生劳动省告示第 261 号 (2003 年 7 月 22 日), [部分修订 日本厚生劳动省告示第 290 号 (2012 年 3 月 30 日)]

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。