

Application News

No. L535

高效液相色谱法

阴离子表面活性剂的高速分析

在定量分析自来水中的阴离子表面活性剂时，根据含碳原子数不同，将含碳数 C10~C14 混合标准液所获得的约 20 个色谱峰进行分类，利用每类含碳数相同的色谱峰面积和进行定量。用于阴离子表面活性剂分离的色谱柱可分为（1）识别不同含碳数的分型检测多个谱峰的色谱柱；（2）无法识别不同碳数的分型、作为单个谱峰检测的色谱柱。

根据厚生省水质标准 1)，采用固相萃取 - 高效液相色谱法检测阴离子表面活性剂，5 类碳链组的标准值为 0.2 mg/L。该方法中，分离色谱柱被指定为“内径 4.6mm、长度 15~25cm 的反相 C18、粒径为 3~5 μ m 的色谱柱或与其具有同等及以上分离性能的色谱柱” 2)。该标准中规定的色谱柱与上述（1）的色谱柱相同。

应用新闻 No. L477B 中采用了 Shim-pack™ VPODS 色谱柱（内径 4.6 mm、长度 25 cm、粒径 5 μ m），而本文介绍采用 Shim-pack FC-ODS 色谱柱（内径 4.6 mm、长度 15 cm、粒径 3 μ m）的实例。另外，还介绍采用快速分离色谱柱 Shim-pack XR-ODS II（内径 3.0 mm、长度 10 cm、粒径 2.2 μ m）的高速分析实例。

N. Iwata

■ 阴离子表面活性剂的分析

分析系统采用 Prominence™-i。图 1 所示为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）的分析结果，表 1 所示为其分析条件。该浓度相当于水质检查方法中提示的预处理操作（通过固相萃取将检测水浓缩至 250 倍）时的标准值浓度。

使用已报道的 VP-ODS 色谱柱时，分析需要约 20 分钟，而使用粒径 3 μ m 的 FC-ODS 色谱柱，则可在保持各碳数分离的同时，在约 10 分钟内完成所有成分的洗脱。

表 1 分析条件 (FC-ODS)

System	: Prominence-i
Column	: Shim-pack FC-ODS (150 mm L. x 4.6 mm I.D., 3 μ m)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Mobile phase	: Water/Acetonitrile=35/65 (v/v) containing 0.1 mol/L Sodium perchlorate
Column temp.	: 40 °C
Injection volume	: 20 μ L
Detection	: RF-20A, Ex at 221 nm, Em at 284 nm

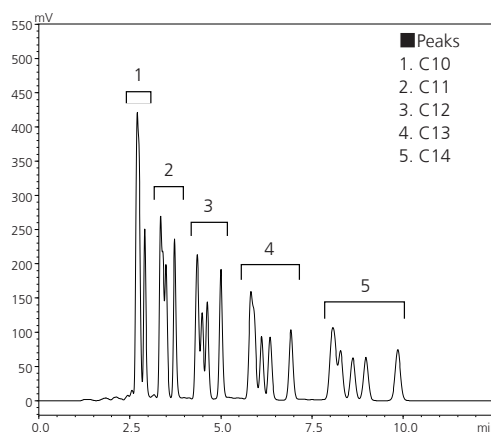


图 1 阴离子界面活性剂标准液的色谱图 (FC-ODS)

■ 阴离子表面活性剂的快速分析

分析系统和配管、流动相与前项相同，将分析色谱柱变更为快速分析柱。图 2 所示为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）的分析结果，表 2 所示为其分析条件。

使用粒径 2.2 μ m 的 XR-ODS II 色谱柱，可在约 5 分钟内完成所有成分的洗脱，同时确保按照各碳数的分离。

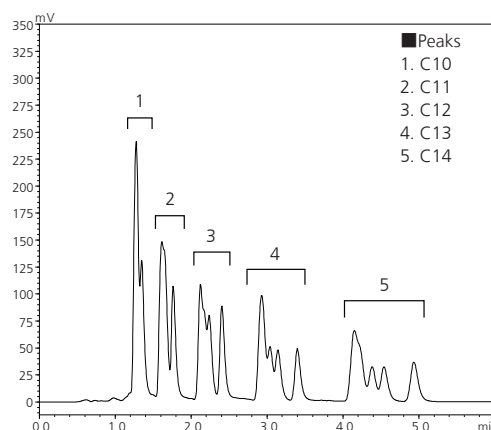


图 2 阴离子界面活性剂标准液的色谱图 (XR-ODS II)

表 2 分析条件 (XR-ODS II)

System	: Prominence-i
Column	: Shim-pack XR-ODS II (100 mm L. x 3.0 mm I.D., 2.2 μ m)
Flow rate	: 0.7 mL/min
Mobile phase	: Water/Acetonitrile=35/65 (v/v) containing 0.1 mol/L Sodium perchlorate
Column temp.	: 40 °C
Injection volume	: 5 μ L
Detection	: RF-20A, Ex at 221 nm, Em at 284 nm

■ 校准曲线

制备校准曲线的标准溶液通过用甲醇稀释市售阴离子表面活性剂混合标准溶液（各含 1mg / mL C10 至 C14）来制备。图 3 所示为 Shim-pack FC-ODS 色谱柱、Shim-pack XR-ODS II 色谱柱获得的浓度范围 0.5~10 mg/L（检测水样品浓度为 0.002~0.04 mg/L）的校准曲线，表 3 为质控样品浓度的误差率。任意碳数下的相关系数均在 0.9999 以上、且各浓度下的误差率均在 10% 以内。

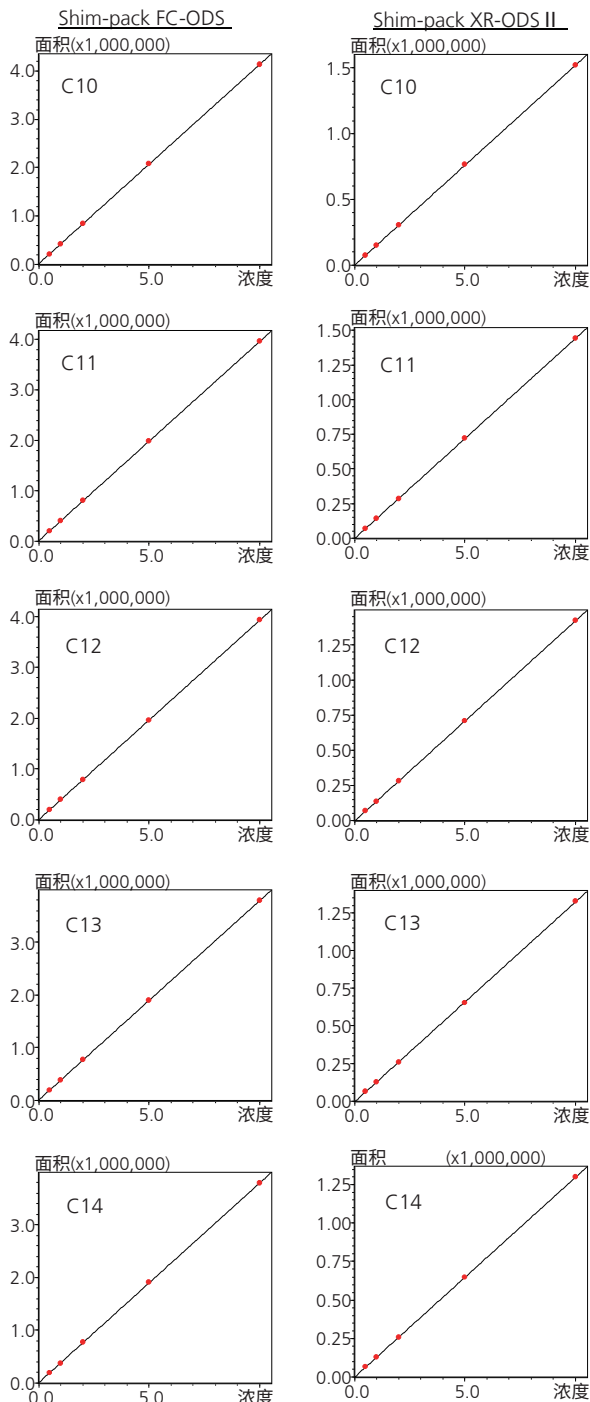


图 3 校准曲线

(左: Shim-pack FC-ODS 色谱柱、右: Shim-pack XR-ODS II 色谱柱)

表 3 各浓度下的误差率 (%)

Shim-pack FC-ODS

	C10	C11	C12	C13	C14
0.5 mg/L	4.95	2.53	1.04	2.73	3.52
1.0 mg/L	0.97	0.49	0.22	1.51	1.29
2.0 mg/L	1.40	1.04	0.6	1.58	0.99
5.0 mg/L	0.40	0.01	0.27	0.05	0.50
10 mg/L	0.13	0.03	0.04	0.05	0.14

Shim-pack XR-ODS II

	C10	C11	C12	C13	C14
0.5 mg/L	2.93	0.53	1.89	4.89	1.67
1.0 mg/L	0.42	0.78	2.40	0.68	0.15
2.0 mg/L	0.15	0.13	0.80	0.56	0.40
5.0 mg/L	0.61	0.30	0.01	0.82	0.11
10 mg/L	0.15	0.07	0.01	0.21	0.04

■ 色谱峰面积的重复性

表 4 所示采用粒径不同的 2 种色谱柱，重复分析 6 次 0.5 mg/L 和 1.0 mg/L 的标准溶液时，面积的相对标准偏差。结果表明 0.5 mg/L（对应检测水样品浓度为标准值的 1/20 浓度）、1.0 mg/L（标准值的 1/10 浓度）的相对标准偏差均在 1% 以下。

表 4 重复分析 6 次时的面积相对标准偏差 (%)

Shim-pack FC-ODS

	C10	C11	C12	C13	C14
0.5 mg/L	0.30	0.48	0.55	0.60	0.81
1.0 mg/L	0.21	0.24	0.21	0.38	0.51

Shim-pack XR-ODS II

	C10	C11	C12	C13	C14
0.5 mg/L	0.52	0.59	0.54	0.56	0.84
1.0 mg/L	0.41	0.24	0.50	0.52	0.38

■ 总结

将荧光检测器 RF-20A 连接至一体机 Prominence-i，研究不改变标准配置管道和检测池的情况下实现快速分析的应用实例。

与之前报道的 VP-ODS 色谱柱的情况相比，本文中用于分析的 FC-ODS 色谱柱能够在大约一半的时间内洗脱所有组分，同时符合水质检测标准的要求。使用 XR-ODS II 色谱柱可将分析时间缩短至约 1/4。

在所有分析色谱柱中，校准曲线的线性、浓度误差率及色谱峰面积的重复性均良好。

[参考文献]

- 1) 厚生劳动省令第 101 号 (2003 年 5 月 30 日)、[部分修改 厚生劳动省令第 29 号 (2015 年 3 月 2 日)]
- 2) 厚生劳动省告示第 261 号 (2003 年 7 月 22 日)、[部分修改 厚生劳动省告示第 138 号 (2018 年 3 月 28 日)]

Shim-pack 及 Prominence 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

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。

第一版发行日: 2019 年 3 月