

Application News

No. L528

高效液相色谱法

大气粉尘中六价铬化合物的测定

– 离子色谱法 – 柱后衍生吸光光度法 –

2018年3月,日本环境省、大气环境局大气环境课发布了“有害大气污染物测定手册 大气粉尘中六价铬化合物的测定方法”。该手册中记载的六价铬化合物的测定方法是“碱化过滤器收集 – 离子色谱法 – 柱后衍生吸光光度法”,将与六价铬发生特异性反应的二苯基碳酰二肼作为色谱柱后反应液,按照大气粉尘中的浓度换算,以0.069~3.47 ng/m³的六价铬为测定对象进行设定。本文介绍使用 Prominence™ HPLC 的测定应用例。

A. Leuji

测定方法概要

通过用碳酸氢钠水溶液进行碱化处理过的纤维过滤器以5 L/min 的流量收集大气24小时后,用超纯水溶出,作为测定用样品。

用阴离子交换柱对该样品溶液中的六价铬离子进行分离后,使二苯基碳酰二肼 / 硫酸水溶液进行柱后衍生反应,以520~540nm 的波长进行吸光度检测。

反应液中的二苯基碳酰二肼与六价铬离子接触,经二苯偶氮碳酰肼生成二苯基甲酰肼 – 铬络合物。

由于输送含有0.5 mol/L- 硫酸的反应液,所以,在反应液输送泵及以后包括检测器的排液部位均需要PEEK等树脂部件此外,检测器的光源需要适合于检测波长的W (钨)灯。

柱后衍生系统的流程图如图1所示,测定条件如表1所示。

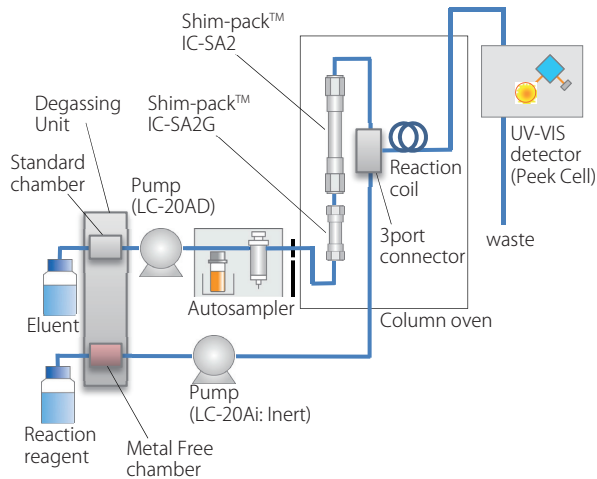


图1 六价铬测定系统的流程图

表1 测定条件

■ Separation	
Column	: Shim-pack™ IC-SA2 (250 mm L, 4.0 mm I.D.)
Guard column	: Shim-pack™ IC-SA2G (10 mm L, 4.6 mm I.D.)
Eluent	: 10 mmol/L Sodium Carbonate/ 10 mmol/L Sodium Bicarbonate
Flow rate	: 1.0 mL/min
Column temp.	: 40 °C
■ Injection vol.	: 0.25 mL
■ Post Column Derivatization	
Reaction reagent	: 2 mmol/L Diphenyl carbonohydrazide -10 %-Methanol-0.5 mol/L Sulfate
Flow rate	: 0.2 mL/min
Reaction temp.	: 40 °C
Reaction coil	: 0.5 mm I.D. × 8 m L. (PTFE)
■ Detection	: UV-VIS detector at 540 nm (SPD-20AV, W lamp, Inert Cell)

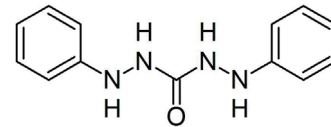


图2 二苯基碳酰二肼

标准样品溶液的测定

重铬酸钾 (JIS K8005) 以超纯水稀释调配的标准溶液0.1~5.0 ng/mL 的色谱图如图3所示。

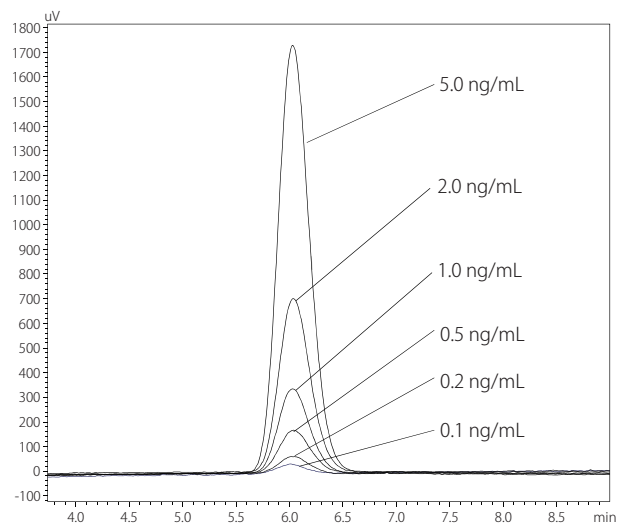


图3 标准溶液的色谱图

标准曲线的线性

用图 3 所示浓度的标准溶液制作的标准曲线如图 4 所示。

在 0.1~5.0 ng/mL 的范围内, $r^2 = 0.999$ 以上, 得到了良好的线性。

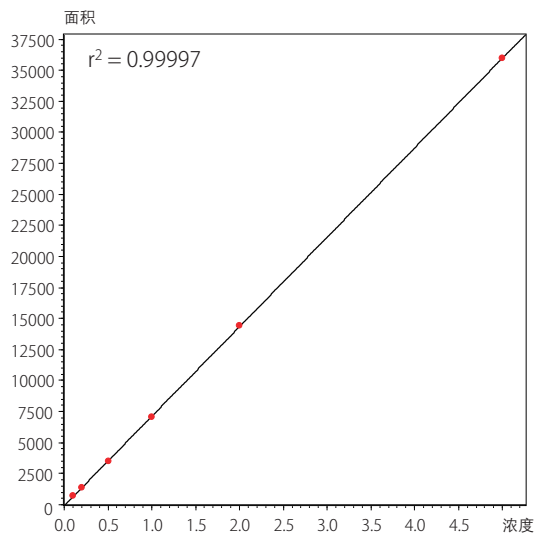


图 4 标准曲线

标准溶液的重复性

对标准溶液重复 5 次测定的色谱图如图 5 所示, 峰值面积以及根据图 4 的标准曲线求得的标准溶液 0.1 ng/mL 的定量结果(浓度)和准确度如图 5 所示。

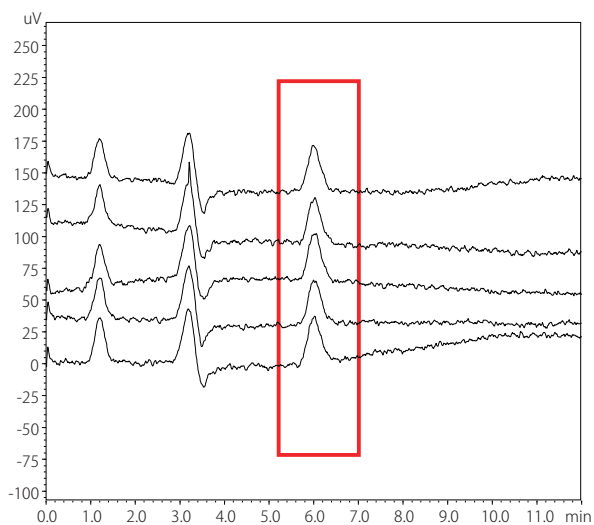


图 5 标准溶液 0.1 ng/mL 重复测试色谱图

表 2 标准溶液 0.1 ng/mL 的重复测试结果

测定	面积	浓度 (ng/mL)	准确度 (%)
1	724	0.099	99.1
2	719	0.098	98.5
3	743	0.102	101.7
4	731	0.100	100.0
5	736	0.101	100.8
平均值	731	0.100	
%RSD	1.3	1.6	

样品基质的影响

用水稀释的标准溶液与由碱化过滤器的制作中使用的碳酸氢钠水溶液稀释的标准溶液的色谱图比较如图 6 所示。可知以碱化过滤器流出的碳酸氢钠水溶液作为基质, 样品溶剂的溶出力稍微变高, 所以溶出时间存在几秒差异, 峰值形状一致。(a) 无时间轴校正, (b) 时间轴校正后对峰值形状进行比较。

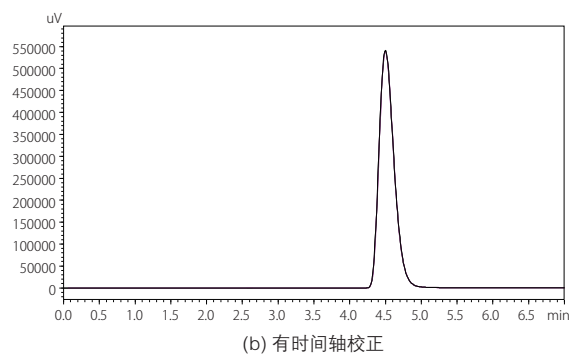
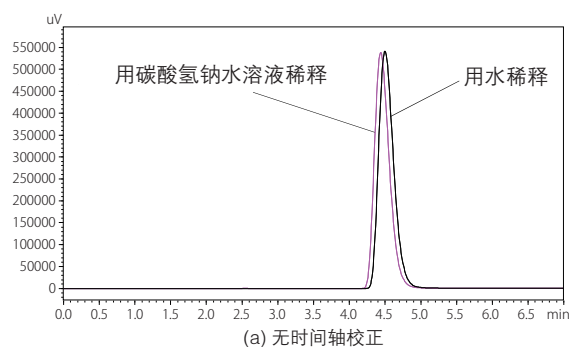


图 6 不同稀释溶剂标准溶液 (1000 ng/mL) 的色谱图比较

Prominence 以及 Shim-pack 是岛津制作所株式会社的商标。



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: 2018 年 7 月