

Определение содержания 9 видов нитробензольных соединений в пробах воды

Ключевые слова:

Автоматизированная твердофазная экстракция; газовая хроматография; Fotector Plus; Auto Prep 200; Auto EVA 60

Введение

Соединения нитробензола - основа широко используемого органического сырья. Они используются в производстве фунгицидов, инсектицидов, красителей, лекарств и т.д. Нитробензолы являются высокотоксичными веществами, которые трудно разлагаются в естественной среде и могут проникать в организм человека через дыхательные пути, пищеварительный тракт, кожу. Поверхностные воды могут содержать соединения нитробензола, нитрохлорбензола, динитрохлорбензола, 2,4-динитротолуола, 2,4-динитрохлорида. Содержание бензола контролируется отдельно. В Китае в настоящее время для анализа соединений нитробензола и применяет метод газовой хроматографии и газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором. Для пробоподготовки применяются жидкость-жидкостная экстракция (ЖЖЭ) и твердофазная экстракция (ТФЭ). В литературе также описан метод твердофазной микроэкстракции.

В данной статье описана процедура пробоподготовки для анализа 9 видов соединений нитробензола в пробах воды с использованием автоматизированной системы твердофазной экстракции, применение которой позволяет избежать вреда для здоровья операторов, вызываемых влиянием используемых для экстракции растворителей. Анализ проводится с помощью газового хроматографа с детектором электронного захвата (GC-ECD).

1. Оборудование и реагенты

Auto Prep 200 от RayKol
Полностью автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб

Fotector Plus от RayKol
Высокопроизводительная автоматизированная система для твердофазной экстракции

Auto ASPE Ultra 06 от Raykol
автоматизированная система твердофазной экстракции (пробы воды)

Auto EVA от Raykol Автоматизированная система упаривания в токе азота

GC-MS газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором

Картридж твердофазной экстракции HLB (RayCure HLB, 500 мг/6 мл, кат. RC-204-36477)

Газохроматографическая колонка HP-5MS (30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм)

Метанол (ВЭЖХ), дихлорметан (ВЭЖХ), этилацетат, сверхчистая вода и т. д.

2. Приготовление стандартных растворов

Для получения стандартных растворов для построения градуировочной кривой использовалась автоматическая рабочая станция обработки жидких проб Auto Prep 200. Например, приобретенный единый стандартный раствор (100 мг/л) можно разбавить до нужной концентрации 10 мг/л с помощью данной рабочей станции. Затем с помощью программы можно настроить разбавление до промежуточного раствора для получения рабочего раствора и

построения кривой, содержащей концентрации 100 мкг/л, 200 мкг/л, 400 мкг/л, 800 мкг/л, 1000 мкг/л. и 1500 мкг/л

3. Подготовка

3.1 Пробоподготовка

Система ТФЭ	Серия Fotector Plus или Auto ASPE Ultra от RayKol
Картридж ТФЭ	HLB (RayCure, 500mg/6mL)
Кондиционирование	Метанол
Промывка	чистая вода
Элюирование	н-гексан+ацетон (3:1)

3.2 Очистка

Очистите картридж ТФЭ с помощью 5 мл н-гексана + ацетона (3:1) со скоростью 2 мл/мин, затем используйте 5 мл метанола и 5 мл воды со скоростью 3 мл/мин для кондиционирования сорбента HLB. Возьмите 1000 мл пробы воды, добавьте 5 мл метанола, пропустите ее через картридж ТФЭ HLB со скоростью 5 мл/мин, затем промойте бутылку для пробы 10 мл пробы воды и также пропустите ее через картридж. Просушите картридж с помощью продувки азотом. Для картриджей ТФЭ разных типов необходимо обратить внимание на время сушки. Например, время сушки картриджа Amp составляет около 25 минут, а время сушки картриджа Waters должно быть более 35 минут; используйте 10 мл н-гексана + Ацетон (3:1) элюируйте со скоростью 2,0 мл/мл, и собранные образцы разбавляют до 10 мл н-гексаном + ацетон (объемное соотношение 3:1) для анализа ГХ/ЭЗД.

номер	стадия	растворитель	слив	скорость потока (мл/мин)	объем (мл)	время (мин)
1	кондиционирование	н-гексан	слив-2	20	8	0.9
2	кондиционирование	СНЭОН	слив-2	3	5	2.1
3	кондиционирование	H ₂ O	слив-1	3	6	2.5
4	загрузка образцов большого объема		слив-1	10	1000	150.3
5	промывка	H ₂ O	слив-1	10	5	0.9
6	продувка		слив-1	40	10	1.1
7	сушка					20
8	очистка шприцевого насоса	СНЭОН		80	2	0.4
9	очистка шприцевого насоса	н-гексан ацетон		80	2	0.4
10	элюирование	н-гексан ацетон	сбор	2	5	3.1
11	элюирование	н-гексан ацетон	сбор	2	5	3.1
12	продувка		сбор	20	7	1
13	конец процесса					

Рисунок 1. Схема процесса твердофазной экстракции Fotector Plus (нитробензол в воде)

4. Условия хроматографирования

Для проверки степени извлечения данного метода, были добавлены вышеупомянутые нитробензолсодержащие вещества (10 мг/л, 20 мкл, 50 мкл, 100 мкл) в очищенную воду (1000 мл) для стандартной проверки извлечения добавок ($p=3$). Степень извлечения девяти типов нитробензола составляет 80–98%, а значения RSD составляют менее 5,1%.

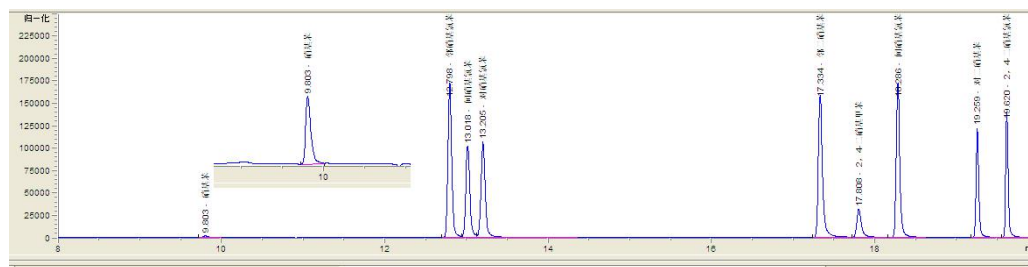


Рисунок 2. Хроматограмма нитробензола (200 мкг/л)

5. Проверка осуществимости метода

Чтобы проверить степень восстановления этого метода, в этом эксперименте были добавлены вышеупомянутые нитробензолсодержащие вещества (10 мг/л, 20 мкл, 50 мкл, 100 мкл) к очищенной воде (1000 мл) для стандартной проверки извлечения добавок ($p=3$). Степень извлечения девяти типов нитробензола составляет 80–98%, а значения RSD составляют менее 5,1%.

название	Концентрация/ррб	степень извлечения/%	RSD/%
Нитробензол	0.10	82.988	3.9
	0.20	93.909	4.1
	1.00	90.378	3.4
м-нитрохлорбензол	0.05	82.661	5.1
	0.20	95.602	4.0
	1.00	83.868	2.4
п-нитрохлорбензол	0.05	90.113	3.6
	0.20	98.190	3.6
	1.00	87.820	3.5
о-Нитрохлорбензол	0.05	91.356	4.9
	0.20	102.975	3.6
	1.00	91.383	2.9
п-динитробензол	0.05	83.796	5.0
	0.20	105.404	2.4
	1.00	104.350	3.3
м-динитробензол	0.05	103.449	3.3
	0.20	104.240	2.5
	1.00	105.035	2.3
о-динитробензол	0.05	94.767	4.0

	0.20	104.873	3.4
	1.00	106.218	3.4
2,4-динитротолуол	0.05	93.486	4.4
	0.20	108.297	2.0
	1.00	105.393	1.3
2,4-динитрохлор бензол	0.05	77.971	3.1
	0.20	84.244	3.8
	1.00	103.588	2.3

Таблица 1. Степень извлечения и значения RSD различных нитробензолов

6. Преимущества метода

Полностью автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб Auto Prep 200 от RayKol осуществляет полностью автоматизированную подготовку растворов стандартов и помогает оператору лаборатории легко готовить рабочие кривые смешанных стандартов. Высокопроизводительная автоматизированная система ТФЭ Fotector Plus может обрабатывать 6 образцов одновременно и 60 образцов за рабочую смену. Все основные этапы от кондиционирования, загрузки, промывки до элюирования полностью

автоматизированы, что значительно повышает эффективность прибора. Точность и надежность обеспечивают высокую степень извлечения. Автоматизированный упариватель в токе азота серии AutoEVA от RayKol выполняет быстрое параллельное концентрирование образцов небольшого объема.



Полностью автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб Auto Prep 200



Автоматизированная система твердофазной экстракции серии Fotector



Автоматизированная система упаривания в токе азота серии Auto EVA



**Ведущий поставщик решений для автоматизированной
подготовки проб**