

کاربرد روش ریز استخراج مایع-مایع در اندازه‌گیری ترکیبات فنولی در آب آشامیدنی با استفاده از تکنیک HPLC

مهتاب باغبان^۱، علیرضا رضائیان^۲، الهه هاشمی^{۳*}

۱- مدیرکنترل کیفیت و بهداشت آب و فاضلاب و امور آزمایشگاه‌ها، تهران، خیابان فاطمی، شرکت

آب و فاضلاب استان تهران، آزمایشگاه مرجع آب و فاضلاب، baghebanmahtab@yahoo.com

۲- رئیس اداره آزمایشگاه آلاینده‌های آلی، تهران، خیابان فاطمی، شرکت آب و فاضلاب استان

تهران، آزمایشگاه مرجع آب و فاضلاب، rezalieng@gmail.com

۳- کارشناس آزمایشگاه آلاینده‌های آلی، تهران، خیابان فاطمی، شرکت آب و فاضلاب استان تهران،

آزمایشگاه مرجع آب و فاضلاب، ellhashemi@yahoo.com

چکیده

در این مقاله، روشی ساده، سریع و کارا با استفاده از ریز استخراج مایع-مایع و کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) جهت استخراج و اندازه‌گیری ۱۱ ترکیب فنولی در نمونه‌های آب آشامیدنی بررسی شد. در این روش، حجم نمونه لازم جهت آنالیز نسبت به حجم لازم نمونه در روش‌های متداول بسیار کاهش یافت. برای آماده‌سازی نمونه، به ۵ میلی‌لیتر نمونه، ۰/۳ گرم نمک سدیم کلرید اضافه و سپس برای تنظیم pH، ۱۰ میکرولیتر اسیدفسفریک ۰/۱ نرمال اضافه گردید. سپس، ۱۰۰ میکرولیتر ۱-اکتانول به‌عنوان حلال استخراج کننده به‌سرعت به‌نمونه اضافه و پس از اتمام استخراج، ۲۰ میکرولیتر از حلال استخراج شده با ۲۰ میکرولیتر متانول، رقیق و به‌دستگاه تزریق گردید. برخی از پارامترها از قبیل نوع و حجم حلال استخراج کننده و pH بهینه گردید. فاکتور پیش تغلیظ بین ۲۲/۳-۴/۶ و حد تشخیص بین ۱۰-۰/۷ میکروگرم بر لیتر در شرایط بهینه به‌دست آمد. نمونه‌های حقیقی آب آشامیدنی جهت وجود فنول‌ها با استفاده از روش ذکرشده بررسی شد.

واژه‌های کلیدی فارسی: فنول، کلروفنول، کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا، ریزاستخراج مایع-مایع، آب آشامیدنی

۱- مقدمه

به گزارش سازمان بهداشت جهانی (WHO) تقریباً از هر سه نفری که در کشورهای در حال توسعه زندگی می‌کنند یک نفر آب آشامیدنی سالم در دسترس ندارند. هر سال سه میلیون کودک زیر ۱۰ سال بعلت کمبود آب سالم و امکانات بهداشتی از بین می‌روند. در کشورهای جهان سوم ۸۰ درصد کل بیماری‌ها مربوط به مصرف آب آلوده است که ۳۳ درصد کل مرگ و میر در این کشورها را باعث می‌شود، یعنی در واقع ۲۵ هزار نفر در روز به دلیل استفاده از آب آلوده از بین می‌برند. این مشکلات ممکن است موجب شود که متولیان بهداشت جامعه به خود آمده و ضمن شناسایی عوامل زیان آور در آب آشامیدنی، دست به اقدامات جدی بزنند. وجود ترکیبات فنولی در آب برای انسان و محیط زیست خطرناک می‌باشد. همچنین فنول‌ها در فرایند گندزدایی با کلر وارد واکنش شده و ترکیباتی با بو و مزه زننده در آب را بوجود می‌آورند. بنابراین پایش و اندازه‌گیری این دسته از ترکیبات سمی در آب شرب بایستی در دستور کار مسئولان سلامت جامعه قرار گیرد. همچنین ایجاد یک دستورالعمل ملی برای اندازه‌گیری این مواد بر طبق استانداردهای جهانی و روشی مدون که بتوان با استناد به آن کلیه ترکیبات فنولی آب شرب کشور را پایش نمود، ضروری بنظر می‌رسد.

فنول (C_6H_6O) با وزن ملکولی ۹۴/۱۱ گرم بر مول یک هیدروکربن حلقوی است که در حالت خاص بی رنگ

یا جامد سفید می باشد. ترکیبات فنولی هیدروکربن‌هایی هستند که در ساختمان ملکولی آنها گروه هیدروکسیل با اتم کربن حلقه بنزن پیوند تشکیل داده‌اند. فنول به صورت طبیعی از قطران زغال سنگ و تقطیر بنزین و به صورت مصنوعی در اثر حرارت دادن سولفات بنزن سدیمی با سود آبدار در فشار بالا تولید می‌شود.

آلودگی آب توسط فنول یکی از مهمترین مسائل زیست محیطی بشمار می‌رود که سمیت بالایی داشته و در پساب‌های کشاورزی به دلیل استفاده از برخی آفت کش‌ها و پساب‌های صناعی مانند، صنایع دارویی، رنگ سازی، پتروشیمی و نیروگاه‌های با سوخت زغال سنگ وجود دارد. از دیگر منابع آلوده کننده می‌توان به فاضلاب صنایع شیمیایی که در ساخت رزین‌ها، پلاستیک‌ها، فایبر، چسب، آهن، فولاد، آلومینیوم، سرب و شوینده‌ها استفاده می‌شوند، اشاره کرد. همچنین در ضد عفونی کننده‌ها، پاک کننده‌ها، سیگار و دود خروجی آگزوز وسایل نقلیه یافت شده و در تهیه محصولات خانگی، بیوسایدها و رنگ‌ها استفاده می‌شود.

فنول‌ها علاوه بر روش‌های مصنوعی از طریق طبیعی نیز وارد منابع آبی شده و همچنین به دلیل ساختمان فیزیکی در اکثر ترکیبات شیمیایی یافت می‌شود. این ترکیبات حتی در فاضلاب‌های شهری نیز وجود دارد و به دلیل پایداری در محیط، قابلیت انحلال در آب و مشکلات بهداشتی عدیده، مورد توجه ویژه است. غلظت‌های بالاتر فنول در صورتی که بلع، استنشاق یا جذب پوست شود، می‌تواند باعث مرگ شود. این ماده علاوه بر خطرات بهداشتی، بدلیل ایجاد طعم و بو حائز اهمیت است. یکی از پیامدهای وجود ترکیبات فنولی، ایجاد ترکیبات کلروفنول در طی کلرزنی آب آشامیدنی است که منجر به بوی زننده و قابل اعتراض توسط مصرف کنندگان می‌شود. همچنین مخاطرات فنول و مشتقات آن می‌تواند باعث چندین مشکل بهداشتی شود. لذا فنول یک آلاینده دارای تقدم خاص و خطرناک طبقه بندی شده است. رهنمود WHO برای غلظت فنول‌ها، کلروفنول‌ها و ۶،۴،۲-تری کلروفنول در آب آشامیدنی برابر ۰/۱ میکروگرم در لیتر (ppb) می‌باشد. طبق استاندارد سازمان حفاظت محیط زیست آمریکا (U.S EPA) میزان مجاز فنول در منابع آب جوامع انسانی و آب مورد استفاده برای پرورش ماهی ۰/۳ و ۲/۶ میلی گرم در لیتر است. بعلاوه شناسایی ۱۱ مشتق فنولی خطرناک در آب آشامیدنی توسط EPA تاکید شده است که عبارتند از فنول، ۴-نیتروفنول، ۲-کلروفنول، ۲-نیتروفنول، ۴،۲-دی نیتروفنول، ۴،۲-دی متیل فنول، ۴-کلرو-۳-متیل فنول، ۴،۲-دی کلرو فنول، ۶،۴-دی نیترو-۲-متیل فنول، ۶،۴،۲-تری کلروفنول و پنتاکلروفنول. همچنین استاندارد ۱۰۵۳ ملی ایران بر ضرورت اندازه گیری چهار مشتق فنولی در آب آشامیدنی شامل ۲-کلروفنول، ۴،۲-دی کلرو فنول، ۶،۴،۲-تری کلروفنول و پنتاکلروفنول تاکید نموده است. با توجه به این مشکلات، شناسایی و اندازه گیری این ترکیبات در آب شهری جهت آگاهی و تصمیم گیری‌های مدیریتی در سطح کلان ضروری به نظر می‌رود.

شناسایی فنول‌ها در آب با استفاده از روش‌های تجزیه‌ای متعدد بر پایه کروماتوگرافی گازی (GC) و کروماتوگرافی مایع (HPLC) صورت می‌پذیرد. آنالیز GC کلروفنول‌ها منجر به ایجاد پیک‌های دنباله دار کرده که حد تشخیص آنالیت را پایین می‌آورد. جهت کاهش این اثر کلروفنول‌ها اغلب قبل از تزریق به GC مشتق‌دار می‌شوند. از طرف دیگر آنالیز HPLC یک گزینه مناسب بوده که جهت جداسازی و شناسایی ترکیبات فنولی بکار می‌رود.

بطور کلی نمونه‌های طبیعی بسیار رقیق و یا بسیار پیچیده هستند. بنابراین قبل از آنالیز با HPLC، مرحله آماده سازی نمونه جهت استخراج مقادیر اندک فنول از محیط آبی، ایجاد سطوح غلظتی مناسب و رفع مزاحمت‌های زمینه لازم است. در بسیاری از موارد استخراج مایع-مایع استفاده می‌شود که به مقادیر بالایی از حلال‌های گران و سمی نیازمند است. بعلاوه در آنالیز مقادیر جزئی، حجم بالای نمونه لازم است که آنالیز آن را طولانی و خسته کننده می‌نماید. اولین تلاش جهت کوچک کردن استخراج مایع-مایع متداول، توسط لی و داسگاپتا صورت گرفت. این تکنیک بر اساس شناور شدن یک میکرولیتر قطره حلال آلی در محلول آبی در حال تکان خوردن بوده که آنالیت بین قطره آلی و فاز آبی تسهیم می‌گردد.

با توجه به ضرورت تعیین و اندازه‌گیری فنول‌ها در منابع آبی، هدف از این تحقیق استفاده از ریزاستخراج مایع-مایع جهت شناسایی و اندازه‌گیری مقادیر اندک فنول در آب آشامیدنی و منابع آن می‌باشد.

۲- بخش تجربی

۱-۲ مواد و تجهیزات مورد استفاده

استانداردهای فنول، ۴-نیتروفنول، ۲-کلروفنول، ۲-نیتروفنول، ۴،۲-دی نیتروفنول، ۴،۲-دی متیل فنول، ۴-کلرو-۳-متیل فنول، ۴،۲-دی کلرو فنول، ۶،۴-دی نیترو-۲-متیل فنول، ۶،۴-تری کلروفنول و پنتاکلروفنول با خلوص بالا از کمپانی مرک و آلدریچ خریداری شدند. کلیه حلال‌ها با خلوص بالا و مناسب جهت کروماتوگرافی از کمپانی مرک خریداری گردید.

نام استاندارد مورد نظر	نام استاندارد مورد نظر	نام استاندارد مورد نظر
فنول	۴،۲-دی متیل فنول	۶،۴،۲-تری کلروفنول
۴-نیتروفنول	۴-کلرو-۳-متیل فنول	پنتاکلروفنول
۲-نیتروفنول	۴،۲-دی کلرو فنول	
۴،۲-دی نیتروفنول	۶،۴-دی نیترو-۲-متیل فنول	

آنالیز کروماتوگرافی با استفاده از سیستم HPLC Knauer PCX 5200 مجهز به پمپ چهار حلال K-1001، دکتور فرابنفش K 2600 و لوپ نمونه ۲۰ میکرولیتر صورت پذیرفت. داده‌های کروماتوگرافی با استفاده از نرم افزار EZ Chrom Elite ثبت و تحلیل گردید. ستون کروماتوگرافی Knauer Eurospher 100-5 C-18, 250×4.6 mm نیز بکار برده شد.

۲-۲ محلول‌های استاندارد

محلول شامل ۵۰ میلی گرم بر لیتر (ppm) از هر استاندارد فنول، ۴-نیتروفنول، ۲-کلروفنول، ۲-نیتروفنول، ۴،۲-دی نیتروفنول، ۴،۲-دی متیل فنول، ۴-کلرو-۳-متیل فنول، ۴،۲-دی کلرو فنول، ۶،۴-دی نیترو-۲-متیل فنول، ۶،۴-تری کلروفنول و پنتاکلروفنول در متانول ساخته شد. پنج استاندارد دیگر با رقیق‌سازی این محلول مادر با استفاده از مخلوط تازه تهیه شده استونیتریل و آب ۱:۱ بصورت روزانه جهت رسم منحنی کالیبراسیون ساخته شدند. از سیستم HPLC با مد گرادیان از ۸۰ درصد حلال آب ۰/۱٪ اسیداستیک که در طی ۳۵ دقیقه به ۹۰ درصد استونیتریل با سرعت جریان ۰/۸ mL/min می‌رسد، استفاده گردید. همچنین دکتور فرابنفش در طول موج ۲۸۰ نانومتر و حجم تزریق ۲۰ میکرولیتر بکار رفت. داده‌های حاصل از کروماتوگرام پنج سطح استاندارد ساخته شده جهت رسم منحنی‌های کالیبراسیون بکار گرفته شد.

۲-۳ ریز استخراج فنول‌ها از زمینه

نمونه‌های آبی با غلظت مشخص ساخته شده در بالن حجمی ۵ میلی لیتری پر شده، ۰/۳ گرم نمک سدیم کلرید اضافه

و سپس برای تنظیم pH، ۱۰ میکرولیتر اسیدفسفریک ۰/۱ نرمال اضافه شد. سپس ۱۰۰ میکرولیتر ۱-اکتانول بعنوان حلال استخراج کننده به نمونه اضافه و پس از استخراج، ۲۰ میکرولیتر از حلال استخراج شده با ۲۰ میکرولیتر آب و متانول رقیق و به دستگاه تزریق شد. نتایج کروماتوگرام ۵ سطح غلظتی جهت رسم منحنی کالیبراسیون استفاده شد.

۴- بحث و نتیجه گیری

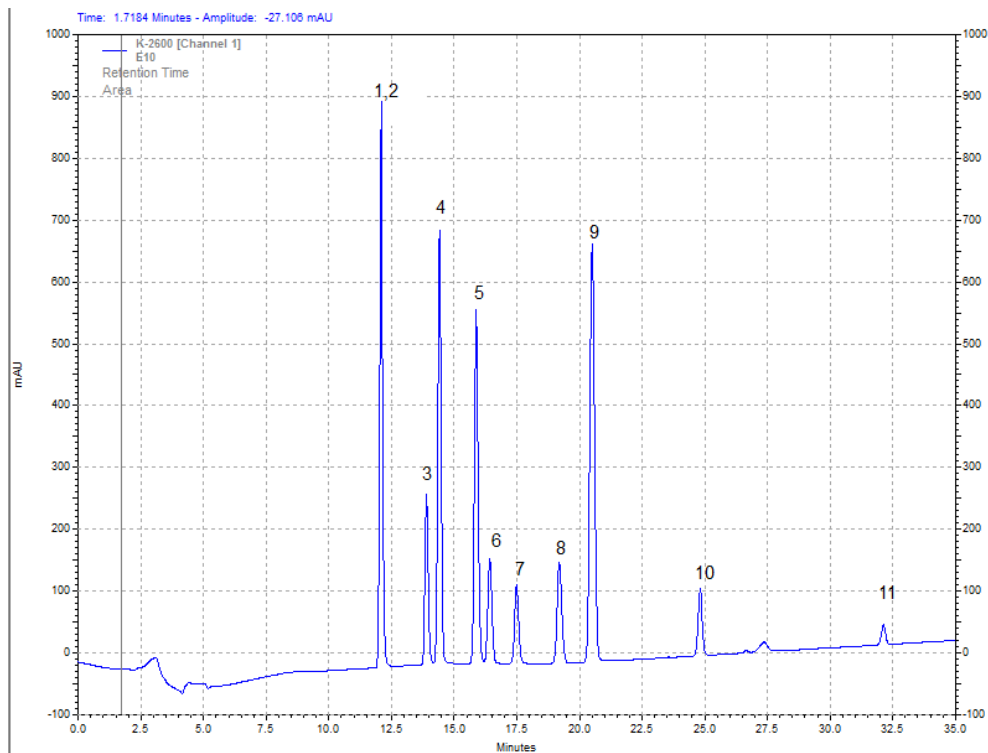
۳-۱ شناسایی و اندازه گیری فنول ها

با استفاده از شرایط ذکر شده سیستم HPLC، مخلوط استانداردهای فنول در سطوح غلظتی متفاوت به دستگاه تزریق و با استفاده از مساحت سطوح زیر منحنی، منحنی های کالیبراسیون تهیه گردید (جدول ۱). قبل از هر تزریق، حلال از سیستم HPLC جهت حصول اطمینان از پایدار بودن خط زمینه برای چند دقیقه عبور داده شد. همچنین جهت شناسایی کیفی هر پیک، زمان بازداری پیک بدست آمده با زمان بازداری حاصل از تزریق مجزای استاندارد خالص فنول در شرایط بهینه صورت پذیرفت. زمان بازداری بدست آمده در سری های متفاوت تزریق جهت یک ترکیب نباید بیشتر از $\pm 1.0\%$ تفاوت داشته باشد. شکل ۱، کروماتوگرام حاصل از تزریق مخلوط استاندارد فنول با غلظت ۵۰ ppm را نشان می دهد. همچنین داده های بدست آمده از منحنی ها، جهت تعیین حد تشخیص اندازه گیری (LOD) و حد تشخیص کمی (LOQ) بکار برده شد.

جدول ۱: منحنی های کالیبراسیون حاصل از تزریق استانداردهای فنول

Parameter	Equation	Regression (R ²)	LOD (ppm)	LOQ (ppm)
Phenol & 4-nitrophenol	$y = 148521x + 112190$	0.9971	0.01	0.05
2-Chlorophenol	$y = 45627x - 20592$	0.9945	0.03	0.09
2,4-dinitrophenol	$y = 120419x - 31209$	0.9992	0.02	0.06
2-nitrophenol	$y = 115853x - 38367$	0.9977	0.006	0.02
2,4-dimethylphenol	$y = 34472x - 17460$	0.9964	0.03	0.1
4-chloro-3-methylphenol	$y = 28683x - 12681$	0.9982	0.02	0.1
2,4-dichlorophenol	$y = 175390x - 360217$	0.9956	0.007	0.02
4,6-dinitro-2-methylphenol	$y = 168921x - 75830$	0.9978	0.004	0.01
2,4,6-trichlorophenol	$y = 24991x - 7220.1$	0.9972	0.02	0.08
pentachlorophenol	$y = 6871.5x - 3806.7$	0.9954	0.07	0.26

شکل ۱: کروماتوگرام حاصل از تزریق استاندارد ۵۰ میلی گرم بر لیتر فنول



1,2 = Phenol & 4-nitrophenol, 3 = 2-Chlorophenol, 4 = 2,4-dinitrophenol, 5 = 2-nitrophenol, 6 = 2,4-dimethylphenol, 7 = 4-chloro-3-methylphenol, 8 = 2,4-dichlorophenol, 9 = 4,6-dinitro-2-methylphenol, 10 = 2,4,6-trichlorophenol, 11 = pentachlorophenol

۲-۳ ریز استخراج فنول

ریز استخراج فنول از نمونه آبی بررسی گردید. جهت بهینه نمودن روش استخراج، نوع و حجم حلال استخراج کننده و همچنین pH نمونه مورد بررسی قرار گرفت. جهت یافتن بهترین حلال، تولوئن و ۱-اکتانول جهت استخراج نمونه ای با غلظت ۱۰۰ ppb انتخاب گردید. ۱۰۰ میکرولیتر از هر کدام از حلال‌ها در pH=۲ به ۵ میلی لیتر نمونه افزوده و به مدت ۳۰ ثانیه تکان داده شد. سپس ۲۰ میکرولیتر از حلال آلی در ویال تزریق ریخته شد و جهت سازگاری نمونه تزریق با دستگاه، مقداری متانول هم به نمونه اضافه گردید. جزء استخراجی به دستگاه تزریق شد و سطح زیر پیک فنول نشان داد که ۱-اکتانول حلال استخراجی مناسب تری است. همچنین حجم حلال استخراجی ۵۰، ۱۰۰ و ۱۵۰ میکرولیتر از ۱-اکتانول جهت استخراج به کار برده شد و حجم ۱۰۰ میکرولیتر به عنوان میزان بهینه انتخاب گردید. همچنین جهت تنظیم pH، مقادیر ۲، ۴، ۵ انتخاب گردید که بهترین نتیجه در pH=۲ بدست آمد. جدول شماره ۲، نتایج حاصل از تزریق استانداردهای فنول که با ریزاستخراج جداسازی شده‌اند را نشان می‌دهد. این نتایج جهت بدست آوردن LOD و LOQ کاری استفاده شدند.

جدول ۲: منحنی‌های کالیبراسیون حاصل از ریزاستخراج استانداردهای فنول

Parameter	Equation	Regression (R ²)	Concentration factor	LOD (ppm)	LOQ (ppm)
Phenol & 4-nitrophenol	$y = 2E+06x - 5590.8$	0.9974	13.46	0.001	0.004
2-Chlorophenol	$y = 729784x + 11727$	0.9944	15.99	0.001	0.006
2,4-dinitrophenol	$y = 1E+06x + 26551$	0.9929	8.3	0.002	0.007
2-nitrophenol	$y = 2E+06x + 19899$	0.9956	17.26	0.0003	0.001
2,4-dimethylphenol	$y = 599104x + 7234.2$	0.9944	17.37	0.002	0.006
4-chloro-3-methylphenol	$y = 593267x + 2492.9$	0.9886	20.68	0.001	0.004
2,4-dichlorophenol	$y = 812782x + 2276.6$	0.9823	4.63	0.001	0.005
4,6-dinitro-2-methylphenol	$y = 3E+06x + 34962$	0.9944	17.76	0.0002	0.0007
2,4,6-trichlorophenol	$y = 472983x + 1589.5$	0.9996	18.92	0.001	0.004
pentachlorophenol	$y = 472983x + 1589.5$	0.9874	22.35	0.003	0.01

از آنجاییکه LOQ های بدست آمده کاری از میزان حد مجاز مورد تاکید استاندارد ملی ایران ۱۰۵۳ کوچکتر باشد، این روش می تواند جهت پایش منابع آب آشامیدنی بکار رود.

۳-۳ کاربرد روش در نمونه حقیقی

به منظور پایش کیفیت آب آشامیدنی از نقطه نظر وجود فنول و مشتقاتش در آب آشامیدنی مصرفی شهر تهران، خروجی تصفیه‌خانه‌های شماره ۱، ۲، ۳، ۴، ۵ و ۷ در بازه زمانی سه ماهه در طی فصل بهار ۹۷ مورد بررسی قرار گرفت و نتایج نشان داد در تمامی نمونه‌ها، میزان فنول و مشتقاتش کمتر از حد تشخیص روش بود و لذا میتوان مدعی بود که در طی این دوره، فنول و مشتقاتش در آب آشامیدنی پایتخت وجود نداشته است.

۴- نتیجه گیری

ریز استخراج مایع-مایع بعنوان روشی در راستای اصول شیمی سبز، تکرارپذیر و مناسب با نمونه آب آشامیدنی مورد بررسی قرار گرفت. حجم نمونه برداری در روش‌های متداول اندازه‌گیری مواد آلی در نمونه‌های آبی، بسیار بالا و در برخی از موارد در حد لیتر می‌باشد. در این روش حجم نمونه به میزان ۵ میلی لیتر کاهش یافت که این امر نمونه برداری و حمل و نقل نمونه‌های آبی را بسیار ساده تر می‌نماید. همچنین استفاده از ریز استخراج تنها با ۱۰۰ میکرولیتر حلال آلی نیز این روش را بعنوان روشی اقتصادی و سازگار با محیط زیست برای نمونه‌های معمول معرفی می‌نماید. بعلاوه نتایج بدست آمده کاربرد این روش را در شناسایی و اندازه گیری مقادیر فنول و کلیه مشتقاتش در منابع آب آشامیدنی که مورد تاکید مراجع جهانی است را تایید می‌نماید. این روش به خوبی در تعیین مقادیر فنول‌ها در خروجی تصفیه‌خانه های شهر تهران بکار برده شد و نشان داد که این منابع در فصل بهار به فنولها آلوده نبوده‌اند.

۸- قدردانی

نویسندگان بر خود لازم می‌دانند از زحمات کلیه عوامل امور آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران و همچنین جناب آقای دکتر جلال حسن که مشاوره این پروژه را بر عهده داشته‌اند، سپاسگزاری نمایند.

۹- مراجع

- استاندارد ملی ایران ISIRI 1053، آب آشامیدنی، ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی
- Y.C. Fiamegos, A.-P. Kefala, C.D. Stalikas, J. Chromatogr. A 1190 (2008) 44.
E.J. Bishop, S. Mitra, Anal. Chim. Acta 583 (2007) 10.
L. Zhu, L. Zhu, H.K. Lee, J. Chromatogr. A 924 (2001) 407.
W. Huang, C. Yang, S. Zhang, Anal. Bioanal. Chem. 375 (2003) 703.
D. Sun, H. Zhang, Water Res. 40 (2006) 3069.
N.Z. Al-Mutairi, Desalination 250 (2010) 829.
C.-Y. Lin, S.-D. Huang, J. Chromatogr. A 1193 (2008) 79.
A. Peñalver, E. Pocurull, F. Borrull, R.M. Marcé, J. Chromatogr. A 953 (2002) 79.
J.-F. Peng, J.-F. Liu, X.-L. Hu, G.-B. Jiang, J. Chromatogr. A 1139 (2007) 165.
X. Wang, L. Luo, G. Ouyang, L. Lin, N.F.M. Tam, C. Lan, T. Luan, J. Chromatogr. A 1216 (2009) 6267.
S. Liu, P.K. Dasgupta, Anal. Chem. 67 (1995) 2042.
S. Liu, P.K. Dasgupta, Anal. Chem. 68 (1996) 1817.
Y.-A. Shi, M.-Z. Chen, S. Muniraj, J.-F. Jen, J. Chromatogr. A 1207 (2008) 130.
H. Bagheri, E. Babanezhad, F. Khalilian, Anal. Chim. Acta 616 (2008) 49.
S. Almeda, L. Nozal, L. Arce, M. Valcárcel, Anal. Chim. Acta 587 (2007) 97.
Y. Wang, S. Gao, Y. Gao, S. Liu, M. Liu, Z. Hu, B. Fan, Anal. Chim. Acta 486 (2003) 191.

Application of liquid-liquid microextraction

for determination of phenols in drinking water samples using HPLC method

Mahtab Baghban¹, Alireza Rezaian², Elaheh Hashemi^{3,*}

1- Manager of Water and Wastewater quality control and reference laboratories, TPWW.Co. Fatemi Ave. Tehran, Iran. baghebanmahtab@yahoo.com

2- Head of trace organic Lab. reference laboratories, TPWW. Co. Fatemi Ave. Tehran, Iran. rezalieng@gmail.com

3- Expert of trace organic Lab. reference laboratories, TPWW. Co. Fatemi Ave. Tehran, Iran. ellhashemi@yahoo.com

Abstract

In this article, a simple, rapid, and efficient method, based on liquid-liquid microextraction, using high performance liquid chromatography (HPLC) has been developed for the extraction and determination of phenols in drinking water samples. In this method, the sample volume required for analyzing was significantly reduced in compared by the sample volume in conventional methods. For sample preparation, to 5 mL of samples add 0.3 g of NaCl and for pH adjustment 10 μ L of H_3PO_4 0.1 N. 100 microliter of 1-octanol as an extraction solvent was injected rapidly into aqueous sample and after completed extraction, 20 μ L of collected phase was diluted with 20 μ L of methanol and injected into HPLC for subsequent analysis. Some parameters such as the type and volume of the extraction solvent and pH were optimized. The preconcentration factors in a range of 4.6-22.3 and detection limit between 0.7-10 μ g/L were obtained under the optimum conditions. Real drinking water samples were successfully analyzed for the existence of phenols using the proposed method.

Keywords: phenols, chlorophenols, high performance liquid chromatography (HPLC), liquid-liquid microextraction, drinking water