

STANOVENÍ FENOLU A CHLORFENOLŮ VE SMĚSÍCH METODOU HPLC PO PŘEDCHOZÍM ZKONCENTROVÁNÍ NA PEVNÉ HYDROFÓBNÍ SORBENTY

ROMANA KOSTRHOUNOVÁ^a, ALEŠ HRDLIČKA^a
a LUMÍR SOMMER^b

^a Výzkumné centrum pro chemii životního prostředí a ekotoxi-
kologii – RECETOX, Fakulta přírodovědecká, Masarykova
Univerzita, Kamenice 3, 625 00 Brno, ^b Ústav chemie a tech-
nologie ochrany životního prostředí, Fakulta chemická, Vyso-
ké učení technické, Purkyňova 118, 612 00 Brno
e-mail: kostrhounova@recetox.muni.cz,
sommer@fch.vutbr.cz

Došlo 12.6.03, přepracováno 4.7.03.

Klíčová slova: fenol, chlorfenoly, HPLC, detektor s diodovým
polem (DAD), SPE, Accubond C18, Amberlite XAD2, chlorid
sodný a chlorid draselný

Úvod

Fenol a chlorfenoly (CPs) patří mezi významné polutanty
vod a jsou charakteristické svou výraznou toxicitou^{1–3}, snad-
nou tvorbou v průběhu chloračního procesu, některé z nich
také rozmanitým použitím v praxi pro svůj baktericidní a fun-
gicidní účinek. Pro jejich vzájemnou separaci a stanovení ve
směsích jsou hojně využívány různé varianty HPLC^{4–12}. Kva-
lita separací ve směsích, ale také citlivost stanovení jednot-
livých komponent, je omezena při použití izokratické eluce
a UV-spektrofotometrické detekce. Z tohoto důvodu je v sou-
časné době doporučována extrakce on-line a off-line na pevných
sorbentech (SPE) pro jejich zkoncentrování na modifikovaném
silikagelu nebo na makroporézních styren-divinylbenzenových
kopolymerech v alkalickém nebo kyselém prostředí, s následným
stanovením pomocí HPLC^{13–19}.

V této práci bylo porovnáno chování fenolu a 15 chlorfe-
nolů na modifikovaném silikagelu C18 a makroporezním Am-
berlitu XAD2 ve slabě kyselém prostředí a v přítomnosti
chloridů alkalických kovů, které vykazují výrazný vysolovací
účinek pro molekulární formu chlorfenolů. Po prekoncentraci
a eluci acetonitrilem byly fenoly separovány a stanoveny po-
mocí HPLC s detektorem s diodovým polem na koloně malého
průměru plněné silikagelem C18 při použití gradientové
eluce mobilní fází mezi směsí 35:65 methanolu / 0,01 mol.l⁻¹
fosfátového tlumiče (pH 3,5) a 100% methanolem.

Experimentální část

Chemikálie

Zásobní roztoky fenolu a chlorfenolů o koncentraci
100 µg.ml⁻¹ byly připraveny z referenčních standardů naváže-
ním 2,5 mg a doplněním do 25 ml methanolem.

Fenol 99% (Loba Feinchemie), 2-chlorfenol (2-CP) 99%
(Riedel-de Haën), 3-chlorfenol (3-CP) 98% (Riedel-de Haën),
4-chlorfenol (4-CP) 98% (Riedel-de Haën), 2,3-dichlorfenol
(2,3-DCP) 98% (Riedel-de Haën), 2,4-dichlorfenol (2,4-DCP)
97% (Riedel-de Haën), 2,5-dichlorfenol (2,5-DCP) 98% (Rie-
del-de Haën), 2,6-dichlorfenol (2,6-DCP) 98% (Riedel-de Haën),
3-methyl-4-chlorfenol (3-Me-4CP) 98% (Aldrich), 2,3,4-tri-
chlorfenol (2,3,4-TCP) 98% (Riedel-de Haën), 2,3,5-trichlor-
fenol (2,3,5-TCP) 97% (Riedel-de Haën), 2,3,6-trichlorfenol
(2,3,6-TCP) 99% (Riedel-de Haën), 2,4,6-trichlorfenol (2,4,6-
TCP) 98% (Riedel-de Haën), 2,3,4,5-tetrachlorfenol (2,3,4,5-
TeCP) 1000 µg.ml⁻¹ (Aldrich), 2,3,4,6-tetrachlorfenol (2,3,4,6-
TeCP) 5000 µg.ml⁻¹ (Aldrich), petachlorfenol (PCP) 98%
(Aldrich).

Acetonitril, HPLC gradient grade (J. T. Baker), methanol,
HPLC gradient grade (J. T. Baker) nebo G Chromasolv (Rie-
del-de Haën), tetrahydrofuran, HPLC (Lab – Scan), kyselina
fosforečná 85% (Lachema), amoniak 25% (Lachema), přečiš-
těný izotermickou destilací, chlorid sodný (Lachema), chlorid
draselný (Lachema), helium 5,5 (Siad TP), stlačený vzduch
(Linde, technoplyn Praha), dusík (Siad TP).

Sorbenty

Oktadecylsilanizovaný silikagel Accubond C18 o veli-
kosti částic 40 µm (J&W Scientific, USA), jehož hmotnost
v kolonce činila 500 mg a polystyrendivinylbenzenový ko-
polymer Amberlite XAD2 (Merck, Darmstadt, SRN) o veli-
kosti částic 0,3 až 0,9 mm, který byl rozemlet a prosítován
velikostní frakce 63–100 µm byla smočena 24 h v methanolu,
byly použity jako sorbenty SPE. Prázdné kolonky Accubond
byly plněny 250 mg sorbentu Amberlite XAD2 ve formě
suspenze.

Vzorky vody

Vzorky vody byly odebrány z řeky Svratky v Brně Pisár-
kách do jednodlitrové tmavé láhve. Po transportu do laboratoře
byl vzorek ihned zfiltrován, nejdříve přes papírový filtr a poté
na vakuovém filtračním zařízení za použití membránového
filtru Nylon 66 (47 mm × 0,45 µm).

Instrumentace

Sorpční aparatura se skládala z vakuového odsávacího
zařízení Baker SPE-12G (Baker, USA) napojeného na vodní
vývěvu. Průtoková rychlost činila 2 ml.min⁻¹.

Modulární kapalinový chromatograf HP 1050 se skládal
z kvartérního čerpadla, programovatelného autosamplery a fo-
tometrického detektoru s diodovým polem (DAD) s rozsahem
vlnových délek 190–600 nm. Sestava byla doplněna progra-
movatelným termostatem kolon HP 1100 (Hewlett-Packard,
SRN).

K separaci bylo použito kolony Supelcosil LC PAH 250 ×
2,1 mm vnitřního průměru plněné silikagelem s chemicky
vázanou polymerní oktaedecylovou fází o velikosti částic 5 µm.
Kolona byla chráněna předkolonou ODS-Hypersil (Hewlett-
Packard, SRN) 20 × 2,1 mm vnitřního průměru plněnou

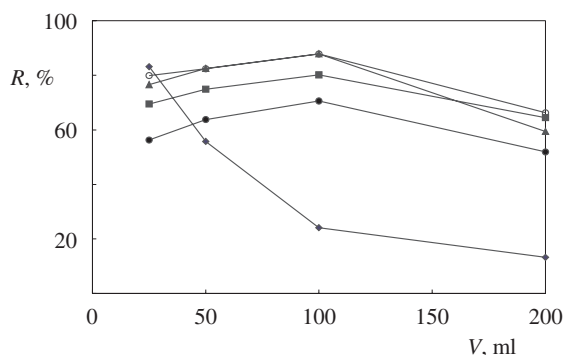
silikagelem s oktadecylovou fází o velikosti částic 5 μm . Na kolonu bylo nastříkáváno maximálně 20 μl vzorku.

Pracovní postupy

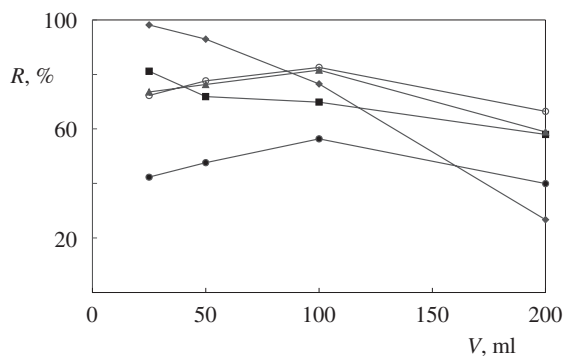
Prekoncentrace chlorfenolů v nedisociované formě

Kolonka se zvoleným sorbentem byla nasazena na vakuové odsávací zařízení Baker SPE-12G. Před každým použitím byla kondicionována 5 ml acetonitrilu, 5 ml methanolu a 5 ml 10% vodného roztoku KCl či NaCl o pH 3,0. Sorpce CPs probíhaly ze 100 ml vodného roztoku v přítomnosti vysolovacích činidel a eluce nasorbovaného množství chlorfenolů byla provedena 5–6 ml acetonitrilu. Eluát byl odpařen pod proudem dusíku na výsledný objem 1 ml, při analýze povrchové vody až na 0,2 ml, a 15 μl eluátu bylo nastříkáváno na chromatografickou kolonu.

Účinnosti sorpce a eluce byly testovány nezávisle pro oba sorbenty a byly vyjádřeny návratnosti pro jednotlivé fenoly při respektování faktoru nabohacení. Interval spolehlivosti a rela-



Obr. 1. Vliv objemu vzorku na návratnost sorpce R (%) pro sorbent Accubond C18. Koncentrace CPs $1,0 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$, pH 3,0, vysolovací činidlo 10% NaCl, eluce 5 ml acetonitrilu; \blacklozenge Ph, \blacksquare 2-CP, \blacktriangle 2,6-DCP, \circ 2,3,6-TCP, \bullet PCP



Obr. 2. Vliv objemu vzorku na návratnost sorpce R (%) pro sorbent Amberlite XAD2. Koncentrace CPs $1,0 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$, pH 3,0, vysolovací činidlo 10% NaCl, eluce 6 ml acetonitrilu; \blacklozenge fenol, \blacksquare 2-CP, \blacktriangle 2,6-DCP, \circ 2,3,6-TCP, \bullet PCP

tivní směrodatná odchylka jednoho stanovení byly vyjádřeny ze tří nezávislých retencí a elucí²⁰.

HPLC analýza

Po zkoncentrování byly vzorky proměřeny na HPLC ve spojení s detektorem DAD. Mobilní fáze byla míchána ze dvou složek: 1) složky A tvořené methanolem a $10 \text{ mmol}\cdot\text{l}^{-1}$ fosfátovým tlumičem o pH 3,5 ve vzájemném poměru 35:65, 2) složky B tvořené 100% methanolem. Pro separaci CPs bylo použito gradientové eluce následujícího průběhu: izokratický úsek 0–3,5 min (100 % A), lineární gradient 3,5–27,0 min na 100 % B, izokratický úsek 27–32 min (100 % B). Čas na zpětnou ekvilibraci kolony činil 10 min při obsahu 100 % A. Teplota kolony byla optimalizována na $18 \text{ }^\circ\text{C}$ a nástřik vzorku na 15 μl . Detekce byla prováděna při vlnových délkách 230 a 280 nm.

Výsledky a diskuse

Prekoncentrace fenolu a chlorfenolů v molekulární formě

Volba elučního rozpouštědla

Rozpouštědlo zvolené pro eluci fenolu a CPs musí zajistit vysokou výtěžnost analytů. Testován byl acetonitril a methanol. Sorpce probíhaly ze 100 ml roztoku o pH 3,0 v přítomnosti 10% NaCl. Sorbované analyty byly eluovány rozpouštědly o celkovém objemu 10 ml po frakcích o objemu 1 ml.

V případě kolonek s oktadecylovým silikagelem, které byly eluovány acetonitrilem, bylo nejnižších návratností 48 % dosaženo u fenolu. Acetonitril eluoval analyty efektivněji než methanol a při objemu 5 ml bylo dosaženo hodnot, které se již s rostoucím objemem acetonitrilu nezvyšovaly. Pro eluci analytů sorbovaných na sorbentu Amberlite XAD2 je nutno použít 6 ml acetonitrilu.

Vliv objemu vzorku

Pro oba sorbenty závisí sorpční účinnost na objemu sorbovaného vzorku. Vliv objemu vzorku na návratnost sorpce byl sledován v rozsahu 25–200 ml při pH 3,0. Vysolení fenolů bylo prováděno chloridem sodným o koncentraci $100 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$.

Pro fenol sorbovaný na Accubond C18 je maximální sorpční účinnost z 25 ml roztoku (83 %). Pro stanovované chlorfenoly vzrůstá do objemu 100 ml roztoku vzorku při rychlosti průtoku $2 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$. Sorpční účinnost pro všechny výše substituované chlorfenoly znatelně klesala při větších objemech než 100 ml. Výsledky jsou znázorněny na obr. 1.

Při SPE na Amberlite XAD2 je optimální objem závislý na typu analytu. Pro fenol a monochlorfenoly je optimálním objemem vzorku 25 ml. S rostoucím objemem vzorku však dochází k jejich vymývání z kolony a jejich výtěžnost rychle klesá. Naopak pro výše chlorované fenoly výtěžnost s rostoucím objemem vzrůstá do 100 ml a poté nastává pokles výtěžnosti. Výsledky jsou opět graficky znázorněny na obr. 2.

Vliv vysolovacích činidel

Vysolovací činidlo zvyšuje iontovou sílu roztoku, a tím dochází k vysolení organické látky z roztoku do pevné fáze. Byl porovnáván vliv chloridu sodného a chloridu draselného do koncentrace 100 g.l⁻¹. Vliv obou vysolovacích činidel na návratnost sorpce pro oba sorbenty je porovnáván v tabulce I. Nižší hodnoty návratností jsou způsobeny odchylkou od optimálních podmínek.

Pro sorbent Accubond C18 je vhodnější vysolovací činidlo chlorid draselný, pro Amberlite XAD2 chlorid sodný. Při sorpci 100 µg fenolů ze 100 ml roztoku však ani pro 10% obsah soli v roztoku nedosahuje návratnosti blízkých 100 %. Zvláště

Tabulka I

Vliv vysolovacích činidel (Accubond C18, Amberlite XAD2) na návratnost sorpce *R* (%) pro 100 ml vzorku s obsahem fenolu a chlorfenolů 100 µg.ml⁻¹

Analyt	Accubond C18		Amberlite XAD2	
	NaCl	KCl	NaCl	KCl
Ph	24,1±1,7	30,8±2,1	76,6±1,6	69,7±2,0
2-CP	80,2±1,2	84,3±1,3	72,3±1,0	67,1±1,5
4-CP	83,2±3,4	87,5±2,2	75,3±2,5	68,5±2,0
3-CP	84,3±2,0	88,5±1,6	76,9±2,0	72,3±2,2
2,6-DCP	87,9±1,9	93,3±1,1	81,6±1,2	75,9±1,1
3-Me-4-CP	88,9±1,7	90,4±1,0	88,6±1,5	82,9±1,0
2,4-DCP	89,6±1,9	94,8±1,3	87,6±1,6	81,2±1,5
2,3,6-TCP	87,8±1,3	91,4±1,4	82,6±1,6	77,6±1,1
2,4,6-TCP	88,1±2,1	92,2±0,9	83,5±0,9	78,5±1,2
2,3,5-TCP	88,6±1,9	90,7±1,2	85,1±1,2	77,4±1,3
PCP	70,6±1,1	75,9±0,8	56,3±1,3	49,5±1,1

nížká je návratnost pro fenol při použití Accubond C18 (24 %) a PCP (50 %) pro Amberlite XAD2.

Vliv koncentrace chlorfenolů na návratnost sorpce

Vliv koncentrace analytů ve vzorku aplikovaném na SPE kolonku na jejich návratnost byl studován v rozsahu 0,05–2,0 mg.l⁻¹ za optimalizovaných podmínek shrnutých v tabulce II.

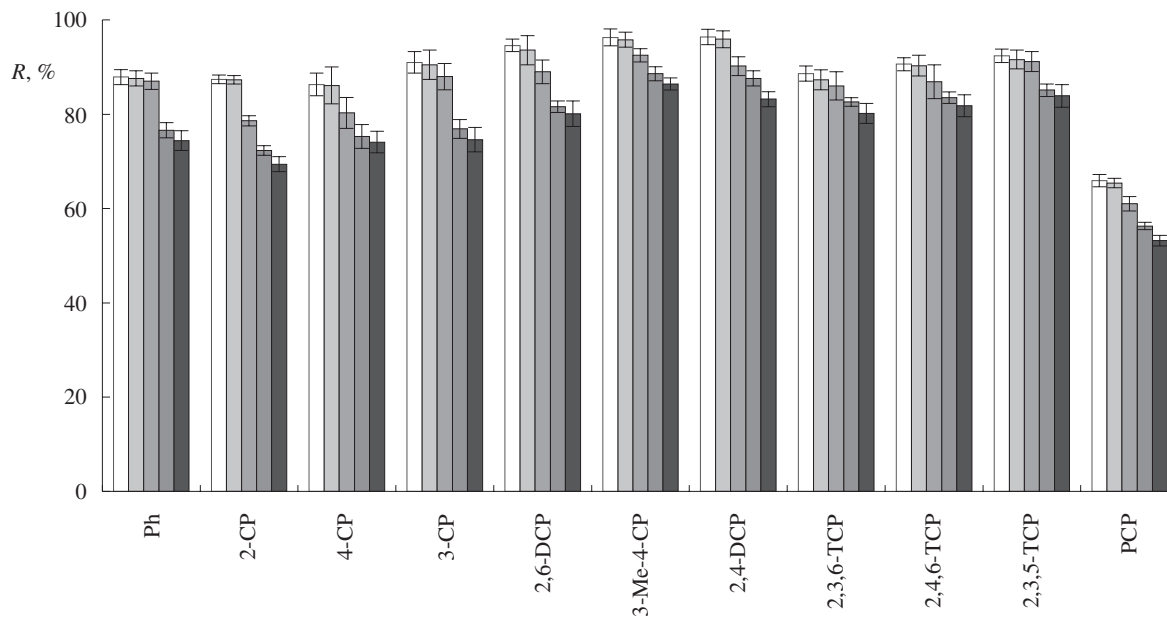
Bylo dosaženo faktoru nabožení fenolů 100. Pro nejnižší studovanou koncentraci 0,05 mg.l⁻¹ byly tedy analyty zkoncentrovány na 5 mg.l⁻¹. Z výsledků je patrné, že účinnost SPE s rostoucí koncentrací CPs ve vzorku klesá, což činí u sorbentu Amberlite XAD2 pro rozsah 0,05–2,0 mg.l⁻¹ až 16 % (viz obr. 3).

Na oktadecylsilikagelu je sorpční účinnost za optimálních podmínek pro monochlorofenoly 87–91 %, pro dichlorofenoly

Tabulka II

Optimalizované podmínky SPE pro sorpce v kyselém prostředí

SPE	Accubond C18, 500 mg	Amberlite XAD2, 250 mg
Kondicionace kolonky	5 ml acetonitril 5 ml methanol 5 ml 1% KCl	5 ml acetonitril 5 ml methanol 5 ml 1% NaCl
Aplikace vzorku	pH 3,0 100 ml, pH 3,0 10 g KCl	pH 3,0 100 ml, pH 3,0 10 g NaCl
Promytí kolonky	1 ml H ₂ O, pH 3,0	2,5 ml H ₂ O/MeOH 90:10 v/v, pH 3,0
Eluce	5 ml acetonitril	6 ml acetonitril



Obr. 3. Vliv koncentrace analytů ve vzorku na sorbentu Amberlite XAD2. Sorpce ze 100 ml vzorku v přítomnosti 10% NaCl; □ 0,05 mg.l⁻¹, □ 0,1 mg.l⁻¹, □ 0,5 mg.l⁻¹, □ 1,0 mg.l⁻¹, □ 2,0 mg.l⁻¹

94–98 %, pro trichlorfenoly 94–98 %, pro tetrachlorfenoly 92–94 %. Výrazně nižší sorpční účinnost je pro pentachlorfenol 78 % a pro fenol 32 %. Pro fenol je sorpční účinnost vyšší na Amberlitu XAD2, není však vyšší než 88 %.

Návratnosti pro fenol a studované chlorfenoly pro koncentraci $0,05 \text{ mg.l}^{-1}$ za optimálních podmínek jsou pro sorbenty Accubond C18 a Amberlite XAD2 shrnuty v tabulce III a obr. 4.

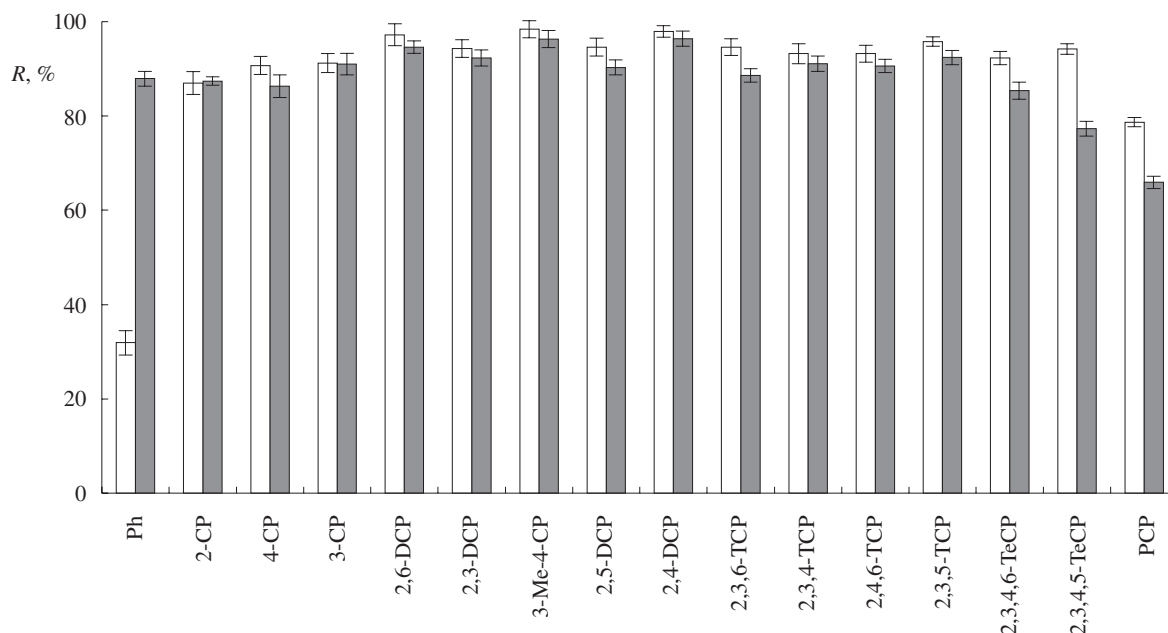
Optimalizovaný postup pro stanovení fenolů v eluátech pomocí HPLC

Stanovení fenolu a chlorfenolů v $15 \mu\text{l}$ zčásti odpařeného eluátu pomocí HPLC bylo optimální s použitím gradientové eluce s mobilní fází 35:65 methanolu – 10 mmol.l^{-1} fosfátového tlumiče o pH 3,5 (složka A) a 100% methanolu (složka B). Optimální gradient eluce byl: 3,5 min izokratická eluce

Tabulka III

Návratnost sorpce fenolu a CPs na Accubond C18 a Amberlite XAD2 za optimálních podmínek, HPLC detekce 230 nm, R – návratnost sorpce v %, RSD – relativní směrodatná odchylka v %, LOD – meze detekce v $\mu\text{g.l}^{-1}$

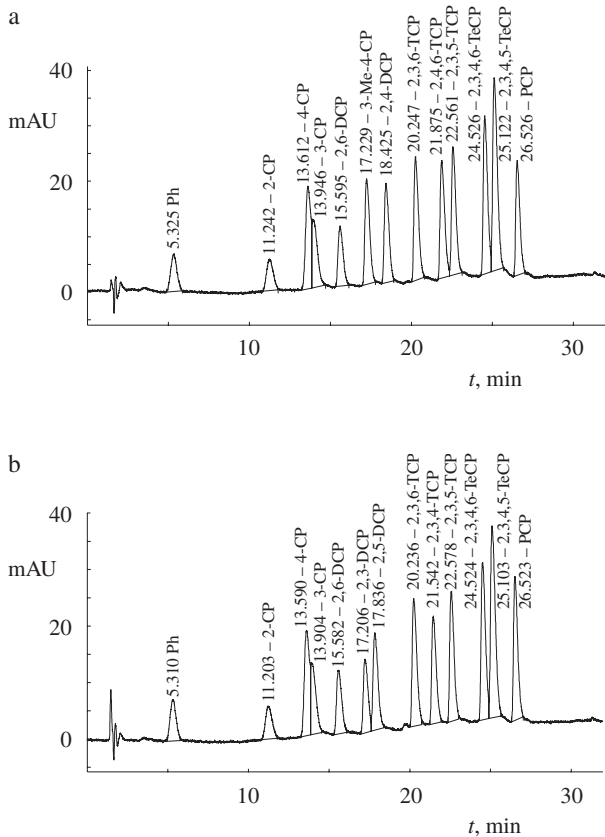
Analyt	Accubond C18			Amberlite XAD2		
	$R \pm \bar{x}$	RSD	LOD	$R \pm \bar{x}$	RSD	LOD
Ph	31,9±2,6	2,7	9,60	87,9±1,6	1,3	6,21
2-CP	87,0±2,4	3,4	3,16	87,4±0,9	0,7	5,38
4-CP	90,7±1,9	1,4	0,90	86,3±2,4	2,2	1,38
3-CP	91,2±2,0	1,6	1,20	91,0±2,3	1,7	1,67
2,6-DCP	97,2±2,3	2,0	1,30	94,6±1,3	1,3	2,40
2,3-DCP	94,3±1,9	1,6	1,33	92,3±1,7	1,6	2,04
3-Me-4-CP	98,4±1,8	1,1	0,97	96,3±1,8	1,3	1,25
2,5-DCP	94,6±1,9	1,8	1,16	90,3±1,6	1,4	1,79
2,4-DCP	97,9±1,2	1,1	1,23	96,4±1,6	1,2	1,81
2,3,6-TCP	94,6±1,8	1,3	0,84	88,6±1,4	1,2	1,33
2,3,4-TCP	93,2±2,1	1,8	0,96	91,1±1,6	1,3	1,52
2,4,6-TCP	93,2±1,8	1,2	1,00	90,6±1,4	1,1	1,44
2,3,5-TCP	95,8±1,0	0,8	0,92	92,4±1,5	1,5	1,23
2,3,4,5-TeCP	92,3±1,4	1,0	0,87	85,4±1,8	1,0	1,18
2,3,4,6-TeCP	94,2±1,1	0,8	0,69	77,3±1,6	1,4	1,29
PCP	78,7±1,0	0,6	0,57	65,9±1,3	1,0	1,09



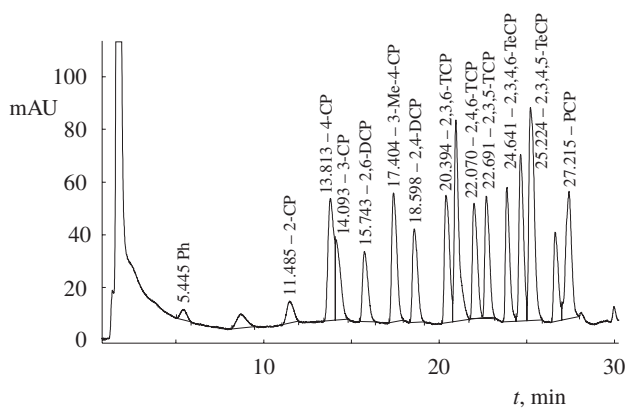
Obr. 4. Srovnání SPE sorbentů za optimálních podmínek. Optimální podmínky uvedeny v tabulce II, koncentrace CPs $0,05 \text{ mg.l}^{-1}$, R – návratnost sorpce v %; □ C18, ■ XAD2

se složkou A, 23,5 min s rostoucím gradientem složky B a posledních 5 min izokratická eluce složkou B.

Gradients s použitím mobilní fáze o složení methanol a směsi methanol–voda s obsahem 4,0–170 mmol.l⁻¹ kyseliny



Obr. 5. Chromatogramy standardních směsí CPs. Koncentrace analytů 10 µg.ml⁻¹, průtok 0,35 ml.min⁻¹, teplota kolony 18 °C, nástřik 15 µl vzorku



Obr. 6. Chromatogram směsi CPs o koncentraci 0,05 mg.l⁻¹ v povrchové vodě. Sorpce ze 100 ml vzorku na sorbentu Accubond C18 (pH 3,0, vysolovací činidlo KCl). Eluce 5 ml acetonitrilu, odpaření pod dusíkem 0,2 ml, nástřik 15 µl.

octové nebo 4,0 mmol.l⁻¹ trichloroctové poskytovaly nižší hodnoty rozlišení a kapacitního faktoru než mobilní fáze s obsahem 10 mmol.l⁻¹ fosfátového tlučiče o pH 3,5 pro potlačení disociace fenolátového aniontu při separaci chlorfenolů. Nástřik větších objemů než 15 µl na kolonu způsobuje deformaci chromatografických píků. Optimální rychlost průtoku byla 0,35 ml.min⁻¹ při 18 °C. Pro stanovení fenolů byla vyhodnocena plocha absorbančního píku při 230 nebo 280 nm pro 6 koncentrací standardu v rozsahu 0,1–10 µg.ml⁻¹.

Za podmínek shora uvedené separace bylo rozlišení *R* pro píky většiny použitých chlorfenolů uspokojivé, s výjimkou 2,3-DCP a 3-Me-4CP ve směsi a také 2,4-DCP a 2,5-DCP (*R* = 0,95) a 2,3,4-TCP a 2,4,6-TCP (*R* = 0,69).

Chromatografická mez detekce ve spojení s SPE *S/N* = 3 byla vyhodnocena ze základní linie přístroje podle metody ASTM. Hodnoty mezí detekce pro jednotlivé chlorfenoly jsou uvedeny v tabulce III.

Chromatogramy dvou standardních směsí fenolů za optimalizovaných podmínek jsou uvedeny na obr. 5. Postup poskytoval spolehlivé výsledky také pro stanovení chlorfenolů ve vodách s obsahem ≥ 0,05 mg.l⁻¹ po předchozím zkoncentrování na oktadecylsilikagelu Accubond C18 v přítomnosti 10% KCl. Přírodní příměsi ve vodě neruší (obr. 6).

Závěr

Sorbent Accubond C18 vykazuje ve srovnání s Amberlite XAD2 vyšší hodnoty návratností pro studované CPs, a to v koncentračním rozsahu 0,05–2,0 mg.l⁻¹.

Fenol a chlorfenoly byly v tomto případě sorbovány ze 100 ml vzorku o pH 3,0 v přítomnosti 10% KCl (Accubond C18). Eluce CPs z kolony byla provedena 5 ml acetonitrilu a 15 µl eluátu odpařeno pod proudem dusíku bylo nadávkováno na kolonu HPLC malého průměru Supelcosil LC PAH 250 × 2,1 mm s použitím gradientové eluce s mobilní fází methanol – 0,01 mol.l⁻¹ fosfátový tlučič o pH 3,5 (35:65) a 100% methanolem s průtokem 0,35 ml.min⁻¹.

Fenol a monochlorfenoly sorbované na Accubond C18 vykazují ze studovaných analytů nejnižší návratnost sorpce, a to 32–91 %, při koncentraci CPs ve vzorku 0,05 mg.l⁻¹. Návratnost dichlorfenolů se pohybuje v rozmezí 94–98 %, trichlorfenolů 93–96 %, tetrachlorfenolů 92–94 % a penta-chlorfenolu 79 %. Nejnižší návratnost poskytuje fenol (32 %), nejvyšší 3-Me-4-CP (98 %).

LITERATURA

1. WHO Environmental Health Criteria 93: *Chlorophenols other than Pentachlorophenol*, str. 11. WHO, Geneva 1989.
2. Environmental Protection Agency: Part VIII, 40 CFR Part 136, 58.
3. Korba T., Popl M.: Chem. Listy 87, 332 (1993).
4. Puig D., Barceló, D.: Trends Anal. Chem. 15(8), 662 (1996).
5. Frébortová J., Tatkovičová V.: Analyst 119, 1519 (1994).
6. Achilli G., Cellerino G. P., D'Eril G. M., Bird S.: J. Chromatogr., A 697, 357 (1995).
7. Andrés M. P. S., León-Gonzales M. E., Péres-Arritas

- L.V., Polo-Diéz L. M.: High Resol. Chromatogr. 23(5), 367 (2000).
8. Martínéz D., Pocurull E., Marcé R. M., Borrull F., Callul M.: Chromatographia 43, 619 (1996).
 9. Gawdzik B., Gawdzig J., Czerwinska-Bil U.: J. Chromatogr. 509, 135 (1990).
 10. Puig D., Barceló D.: Chromatographia 40, 435 (1995).
 11. Puig D., Barceló D.: J. Chromatogr., A 773, 371 (1996).
 12. Fiehn. O., Jeckel M.: Anal. Chem. 68, 3083 (1996).
 13. Baranowska I., Piezsko C., Grossman A. M.: Chem. Anal. (Warsaw) 42, 845 (1997).
 14. Baranowska I., Piezsko C.: J. Chromatogr. Sci. 38, 211 (2000).
 15. Pocurull E., Callul M., Marce R. M.: Chromatographia 38, 579 (1994).
 16. Pocurull E., Marce R. M., Borrull F.: Chromatographia 41, 521 (1995).
 17. Navaro-Villoslada F., Perez-Arribas L. V., Leon-Gonzáles M. E., Polo-Diéz L. M.: Anal. Chim. Acta 308, 238 (1995).
 18. Rodríguez I., Llompert M. P., Cela R.: J. Chromatogr., A 885, 291 (2000).
 19. Kostrhounová R., Hrdlička A., Sommer L.: Microchim. Acta 142, 95 (2003).
 20. Dean R. B., Dixon W.Y. : Anal. Chem. 23, 636 (1951).

R. Kostrhounová^a, A. Hrdlička^a, and L. Sommer^b (^aRE-CETOX, Faculty of Science, Masaryk University, Brno, ^bInstitute of Environmental Chemistry nad Technology, Faculty of Chemistry, University of Technology, Brno): **HPLC Determination of Phenol and Chlorophenols in Mixtures in Water after Previous Preconcentration by SPE on modified Silica and XAD2 Sorbents**

Octadecylsilica Accubond C18 and macroporous polymer Amberlite XAD2 are suitable for the preconcentration of 15 chlorophenols at pH 3 in the presence of 10% KCl or 10 % NaCl from 100 ml of solution. The acetonitrile elution from the columns was quantitative. The eluate was evaporated to 0.2 ml under nitrogen at room temperature and phenol and chlorophenols were separated and determined by HPLC on Supercosil LC PAH 250x2.1 mm column using gradient elution with methanol – phosphate buffer (pH 3.5) mixtures. The method can be used for the determination of 0.05 mg.l⁻¹ of chlorophenols in water, when previously sorbed on Accubond C18.

Volby představenstva ČSPCH



V roce 2004 se uskuteční volby nového představenstva ČSPCH. Byl stanoven následující harmonogram akcí, spojených s volbami:

- vyhlášení voleb, informace bude otištěna v Bulletinu č.1/2004
- představenstvo zvolilo volební komisi ve složení: M. Bláhová, J. Hell, B. Dvořák
- návrhy na kandidáty členů představenstva do 15.3.04
- sestavení kandidátky a distribuce volebních lístků do 15.4.04
- návrat vyplněných volebních lístků do 20.5.04
- potvrzení výsledků voleb volební komisí do 30.6.04
- volba nových funkcionářů ČSPCH do 20.9.04
- Valná hromada ČSPCH – Konference APROCHEM'04

Návrhy na kandidáty prosíme zašlete na adresu sekretariátu, Novotného lávka 5, Praha 1, tel/fax 222 220 184, e-mail mblahova@csvts.cz, nejpozději do 15.3.2004. Návrh může poslat každý z členů ČSPCH. Vedle podmínky, že kandidovat může pouze člen ČSPCH, musí s kandidaturou souhlasit.