

# 柱前衍生 - 气相色谱质谱法测定地表水中辛基酚、壬基酚含量

GCMS-106

**摘要：**烷基酚类化合物如辛基酚、壬基酚具有很强的内分泌干扰作用，致癌、致畸、致突变等。壬基酚的母体化合物壬基酚聚氧乙烯醚被广泛应用于清洁剂等合成洗涤剂，大部分进入水体，因此监测水体中壬基酚污染情况具有极其重要的意义。本文采用柱前衍生 - 气相色谱质谱联用仪，建立了一种地表水中辛基酚、壬基酚的检测方法，该方法操作简单、灵敏度高、适用性强，适合于批量样品的分析。

**关键词：**柱前衍生 - 气相色谱质谱联用仪 地表水 辛基酚 壬基酚

烷基酚类化合物如辛基酚、壬基酚具有较强的环境内分泌干扰作用。壬基酚是非离子表面活性剂聚氧乙烯醚的生物代谢产物，化学性质非常稳定，广泛存在于各种环境介质中。壬基酚的母体化合物聚氧乙烯醚 NPnEO 被广泛应用于清洁剂。我国是 NPnEO 的消费大国，大部分用于合成洗涤剂，大部分进入水体。因此，对地表水中辛基酚、壬基酚进行定性定量的监测分析，对于了解当地水体的污染状况有极其重要的意义。

现行烷基酚的检测方法主要有气相色谱法、气相色谱质谱联用法、液相色谱串联质谱联用法等。柱前衍生作为前处理方式，具有改善分离度、降低沸点等优点。其原理是利用衍生化试剂将分析对象进行衍生化后再分析测定，这种方法相对于未衍生方法灵敏度可以大大提高。

本文通过优化柱前衍生及气相色谱质谱分析条件，建立了一种地表水中辛基酚、壬基酚的检测方法，该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 分析条件

GCMS 参数：

色谱柱：Rtx-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃

进样方式：分流，50:1

载气控制方式：恒线速度，36.5 cm/sec

柱温程序：50℃ ( 2 min ) \_ 20℃ /min\_100℃ \_  
10℃ /min\_290℃ ( 2 min )

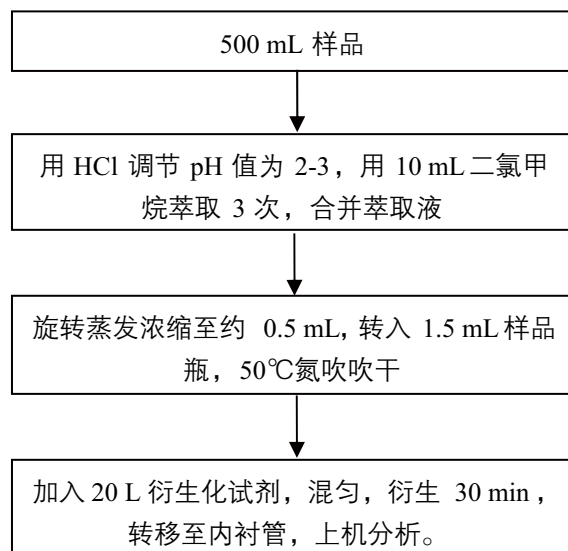
接口温度：280℃

离子源温度：200℃

离子化方式：EI

采集方式：SIM，具体离子见表 1

### 1.3 样品前处理



## ■ 结果讨论

### 2.1 标准谱图

4-n-壬基酚, 4-n-辛基酚混合标准溶液总离子流图如图 1 所示。

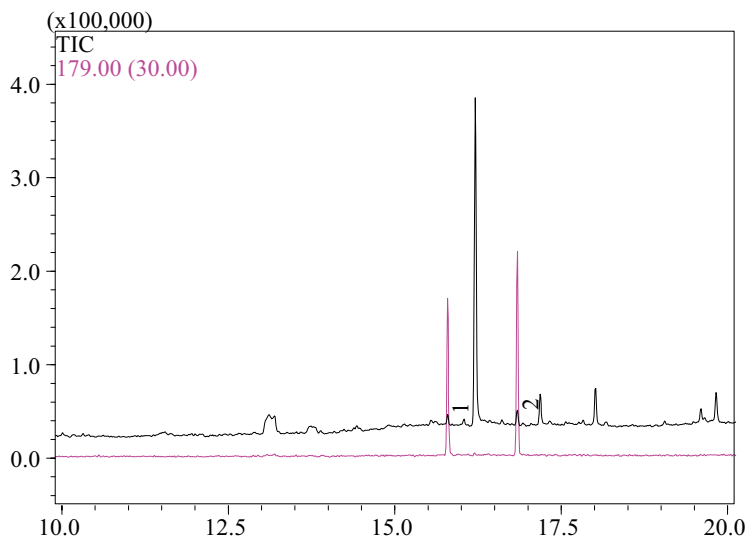


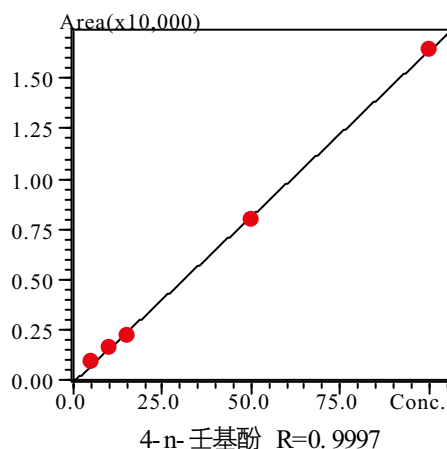
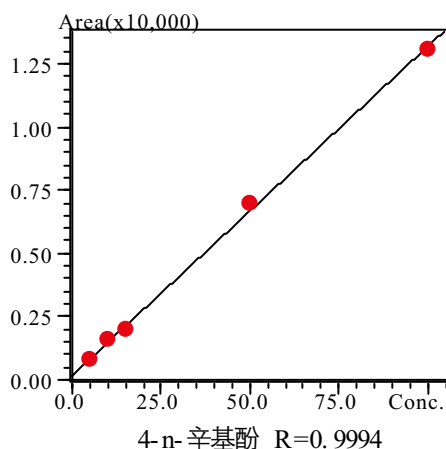
图 1 标准溶液总离子流图(100  $\mu\text{g/L}$ )

表 1 标准溶液保留时间和特征离子

序号	名称	保留时间 (min)	定量离子	参考离子
1	4-n-辛基酚	15.792	179	180,278
2	4-n-壬基酚	16.842	179	180,292

### 2.2 标准曲线

使用丙酮配制 4-n-辛基酚, 4-n-壬基酚混合标准系列, 浓度分别为 5、10、15、50 和 100  $\mu\text{g/L}$ , 50 $^{\circ}\text{C}$ 氮吹吹干。加入 20 L 衍生化试剂, 混匀, 衍生 30 min。各组分标准曲线如下所示。



### 2.3 检出限

根据 5 µg/L 标准溶液数据, 计算方法检出限 (3 倍噪声计算)。各组分检出限见表 2。

表2 各组分检出限

No.	名称	检出限 (µg/L)
1	4-n-辛基酚	1.4
2	4-n-壬基酚	0.8

### 2.4 重现性测试

取 10 µg/L 标准溶液进行重现性测试, 结果见表 3, 结果表明重现性良好。

表3 面积重现性测试

No.	化合物名称	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	RSD (%)
1	4-n-辛基酚	1501	1466	1450	1470	1499	1.498
2	4-n-壬基酚	1786	1856	1760	1759	1814	2.277

### 2.5 回收率测试

将 4-n-辛基酚和 4-n-壬基酚混合标准溶液添加到地表水中, 按照样品前处理方法制备, 加标样品最终浓度分别为 6 µg/L 和 15 µg/L。每浓度加标样品分别平行制样 3 次。回收率结果见表 4。

表4 加标回收率

No.	名称	加标 1 平均回收率%		加标 2 平均回收率%	
		6 µg/L	RSD% (n=3)	15 µg/L	RSD% (n=3)
1	4-n-辛基酚	93.56	4.61	97.41	1.09
2	4-n-壬基酚	106.44	2.71	97.80	1.86

## 结论

采用岛津公司气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra) 分析地表水中的辛基酚和壬基酚, 方法操作简单, 检测灵敏度高, 重现性好。本方法可以用于地表水中的辛基酚和壬基酚的检测。