

气相色谱法测定水质中 13 种酚类化合物含量

GC-253

摘要： 本文使用 Nexis GC-2030 (FID 检测器) 建立了水质中 13 种酚类化合物的分析方法。样品在酸性条件下 (PH<2)，经二氯甲烷 / 乙酸乙酯 (v/v=1:1) 混合液提取，氮吹浓缩后上机测试。结果表明，在 1.0~50.0 mg/L 的浓度范围内，13 种酚类化合物线性相关系数 R 均大于 0.9991。取浓度为 1.0 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，各组分峰面积相对标准偏差在 0.69~2.52% 之间。对空白实际样品进行加标回收实验，平均回收率为 86.77~103.70%。该方法稳定可靠，可用于水质中酚类化合物的测定。

关键词： 气相色谱仪 水质 酚类化合物

技术特点：

- ❖ 满足《HJ 676-2013》要求，满足分离度要求的同时，分析时长缩短 5 分钟。
- ❖ 本方法各化合物的检出限与标准相比提高 5~14 倍，灵敏度更高。

水是生命的源泉，是人类赖以生存和发展必不可少的重要物质资源之一。水质中有毒有害污染物监测对水环境的保护、水污染控制以及维护水环境健康方面起着至关重要的作用。

酚类化合物是水体中常见的有机污染物而且来源广泛，人类的工农业生产，如炼焦、造纸、医药、印染、化工等工业排放及农药降解等都可能产生。它们具有致癌、致畸和致突变的潜在毒性。长期饮用被酚类

化合物污染的饮用水，可引起头昏、出疹和瘙痒等神经系统的症状，危害身体健康。

本文参考《HJ 676-2013 水质 酚类化合物的测定 液液萃取 / 气相色谱法》，使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 建立了水质中 13 种酚类化合物的检测方法。实验结果表明，该方法稳定可靠，满足标准要求，可为水质中酚类化合物的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030 (FID 检测器)

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-5, 30 m×0.25 mm ×0.25 μm

柱温程序：50°C (5 min)_6°C /min_90°C _15°C /min_300°C (2 min)

进样体积：1 μL

进样方式：分流进样，分流比 5:1

载气：氮气

载气控制：恒线速度，1.3 mL/min

进样口温度：250°C

检测器温度：300°C

■ 样品前处理

样品前处理参照下图所示。

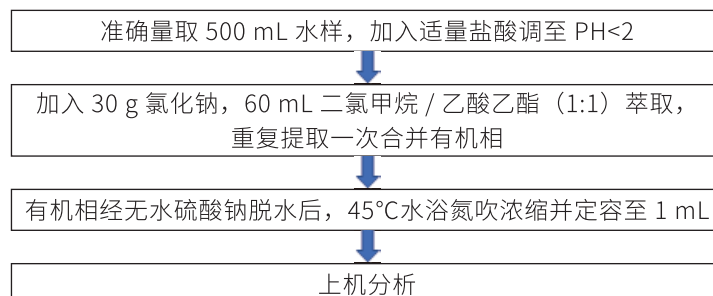


图 1 前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品谱图

13 种酚类标准溶液色谱图和化合物信息分别见图 2 和表 1。

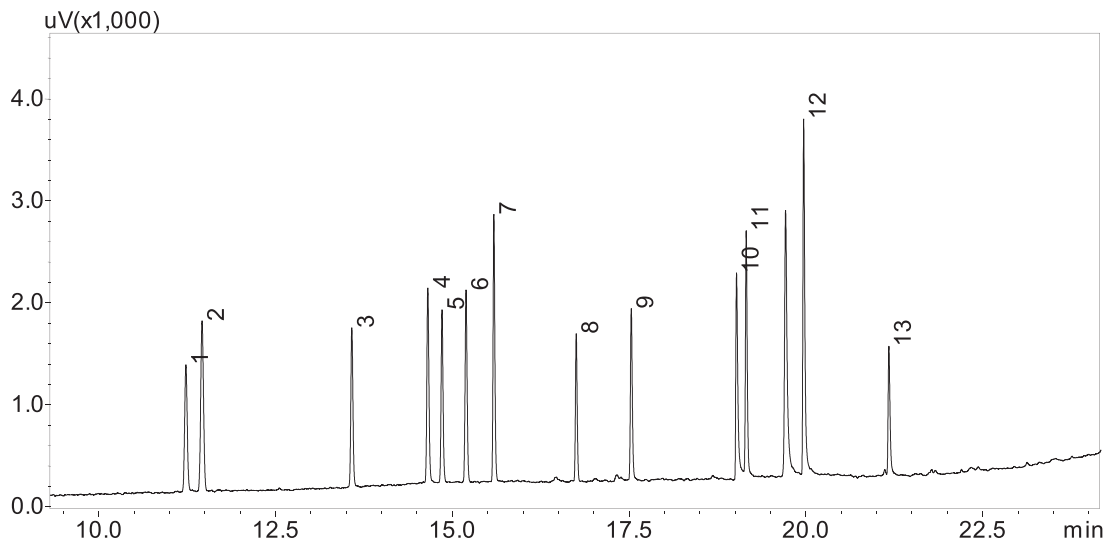


图 2 13 种酚类标准溶液色谱图 (浓度: 1.0 mg/L)

表 1 化合物信息表

峰号	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	苯酚	Phenol	108-95-2	11.246
2	2- 氯酚	2-Chlorophenol	95-57-8	11.475
3	3- 甲酚	3-Methylphenol	108-39-4	13.592
4	2- 硝基酚	2-Nitrophenol	88-75-5	14.667
5	2,4- 二甲酚	2,4-Dimethyl phenol	105-67-9	14.868
6	2,4- 二氯酚	2,4-Dichlorophenol	120-83-2	15.207
7	4- 氯酚	4-Chlorophenol	106-48-9	15.601
8	4- 氯 -3- 甲酚	4-Chloro-3-methylphenol	59-50-7	16.766
9	2,4,6- 三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	17.544
10	2,4- 二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	19.034
11	4- 硝基酚	4-Nitrophenol	100-02-7	19.170
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	2-Methyl-4,6-dinitrophenol	534-52-1	19.983
13	五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	21.189

3.2 标准曲线与检出限

精确量取 13 种酚类标准储备液适量, 用二氯甲烷/乙酸乙酯 (1:1) 混合溶液稀释, 配制成浓度为 1.0、2.5、5.0、12.5、25 和 50 mg/L (部分物质浓度加倍) 的系列标准工作液。以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。根据 1.0 mg/L 标样数据, 以 3 倍信噪比计算各目标组分的仪器检出限, 标准曲线见图 3, 线性相关系数以及检出限见表 2。

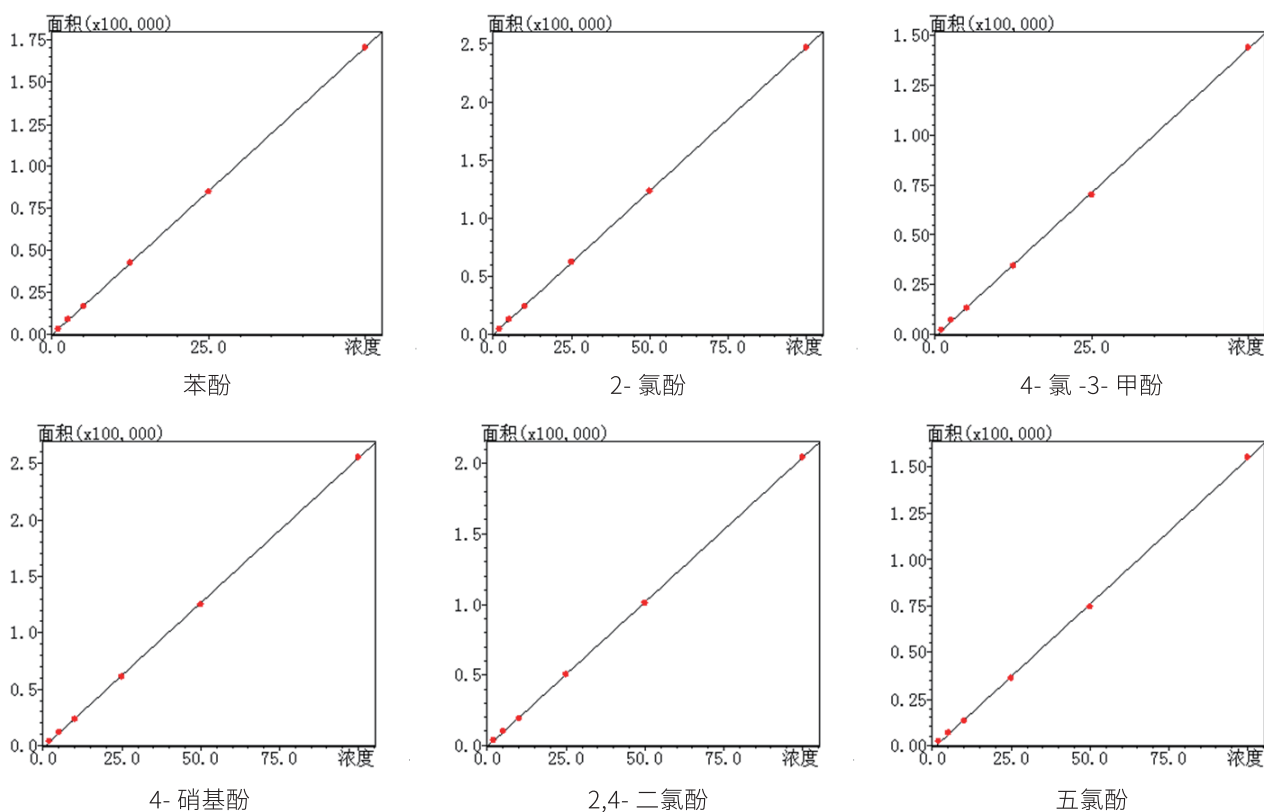


图3 部分酚类物质标准曲线

表2 线性相关系数及仪器检出限

No.	化合物	浓度范围 (mg/L)	相关系数	检出限 (mg/L)
1	苯酚	1.0~50.0	0.9999	0.05
2	2-氯酚	2.0~100.0	0.9999	0.07
3	3-甲酚	1.0~50.0	0.9999	0.04
4	2-硝基酚	2.0~100.0	0.9999	0.06
5	2,4-二甲酚	1.0~50.0	0.9999	0.04
6	2,4-二氯酚	2.0~100.0	0.9999	0.07
7	4-氯酚	2.0~100.0	0.9999	0.05
8	4-氯-3-甲酚	1.0~50.0	0.9999	0.05
9	2,4,6-三氯酚	2.0~100.0	0.9999	0.08
10	2,4-二硝基酚	5.0~250.0	0.9991	0.28
11	4-硝基酚	2.0~100.0	0.9999	0.06
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	5.0~250.0	0.9996	0.13
13	五氯酚	2.0~100.0	0.9998	0.13

3.3 重复性

取1.0 mg/L 酚类标准溶液1 μ L 进气相色谱仪,连续进样6次,以目标物峰面积RSD%考察重复性,结果如表3。

表 3 峰面积重复性结果 (n=6)

No.	化合物	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	苯酚	8004	8037	8220	8072	8005	8162	1.10
2	2- 氯酚	11624	11650	11869	11698	11576	11860	1.06
3	3- 甲酚	8288	8333	8396	8343	8243	8383	0.69
4	2- 硝基酚	9584	9609	9938	9632	9583	9835	1.56
5	2,4- 二甲酚	8274	8292	8463	8315	8224	8376	1.02
6	2,4- 二氯酚	9380	9393	9566	9428	9326	9588	1.12
7	4- 氯酚	11976	11986	12143	12052	11926	12168	0.81
8	4- 氯 -3- 甲酚	6435	6441	6522	6488	6401	6519	0.77
9	2,4,6- 三氯酚	8143	8111	8205	8097	7779	7940	1.96
10	2,4- 二硝基酚	11216	11259	11470	11562	11618	12016	2.52
11	4- 硝基酚	11598	11448	11567	11665	11615	11671	0.71
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	17752	17843	17963	18094	18036	18532	1.51
13	五氯酚	6810	6738	6784	6835	6702	6794	0.72

3.4 回收率

将 13 种酚类标准溶液添加到空白水样品中, 样品加标浓度为 2.5 mg/L, 按照样品前处理方法分别平行制样 3 份。回收率结果见表 4。

表 4 加标回收率结果 (mg/L)

No.	化合物	测试值 1	测试值 2	测试值 3	平均回收率 (%)
1	苯酚	2.21	2.19	2.26	88.84
2	2- 氯酚	4.35	4.29	4.38	86.77
3	3- 甲酚	2.08	2.26	2.38	89.61
4	2- 硝基酚	4.34	4.32	4.39	86.99
5	2,4- 二甲酚	2.33	2.17	2.20	89.21
6	2,4- 二氯酚	4.57	4.22	4.36	87.62
7	4- 氯酚	4.69	4.15	4.49	88.87
8	4- 氯 -3- 甲酚	2.15	2.30	2.18	88.45
9	2,4,6- 三氯酚	4.74	4.86	4.90	96.69
10	2,4- 二硝基酚	11.41	11.34	12.08	92.88
11	4- 硝基酚	4.77	4.50	4.95	94.78
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	12.25	12.28	12.53	98.84
13	五氯酚	5.19	5.14	5.22	103.70

3.5 样品测试结果

量取 500 mL 某河流水样, 按照步骤 2 进行处理后上机检测, 样品中未检出酚类物质, 样品色谱图见图 4。

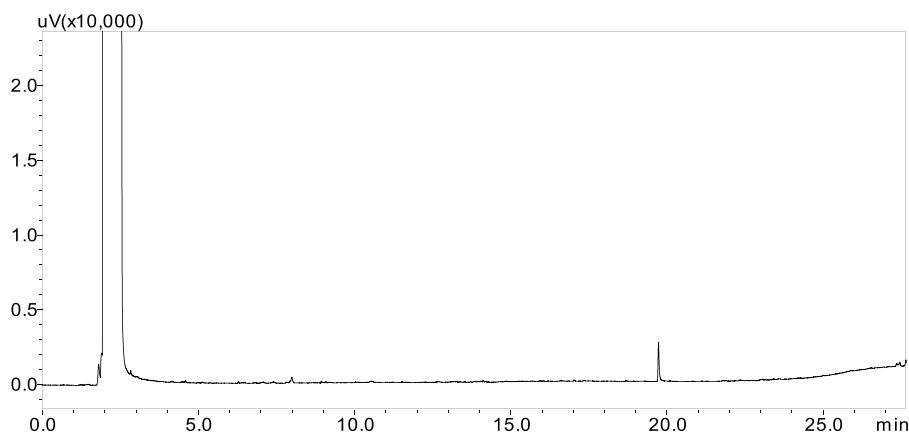


图 4 水样色谱图

■ 结论

本文使用 Nexis GC-2030 (FID 检测器) 建立了水质中 13 种酚类化合物的分析方法。结果表明, 在 1.0~50.0 mg/L 的浓度范围内, 线性相关系数 R 均在 0.9991 以上。取浓度为 1.0 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次, 13 种酚类化合物峰面积相对标准偏差在 0.69~2.52% 之间, 仪器精密度良好。对实际样品进行加标回收实验, 平均回收率在 86.77~103.70% 之间。该方法灵敏度高、重复性好, 满足标准要求, 可为水质中酚类化合物的测定提供参考。

岛津应用云

