

# 7种酚类化合物的超快速液相色谱分析

## LC-065

**摘要：**本文使用岛津LC-30A液相色谱仪建立了7种酚类化合物的快速检测方法。使用C<sub>18</sub>柱，甲醇/水=50/50(v/v)为流动相，紫外检测器的检测波长为223 nm。在浓度在0.5-10 μg/mL的范围内标准品的线性相关系数在0.9991-0.9998之间，线性关系良好。对浓度为1.0 μg/mL的标准品进行五次重复进样分析，保留时间的RSD%在0.027%-0.108%之间，峰面积的RSD%在0.315-0.925%之间，结果的重现性良好。方法的最低检出限为0.01-0.10 μg/mL之间，最低定量限为0.03-0.31 μg/mL之间，具有较高的检测灵敏度。

**关键词：**酚类化合物 超快速液相 分析

酚类化合物是芳烃的含羟基衍生物，是一种中等强度的化学毒物，可与细胞原浆中的蛋白质发生化学反应。酚类化合物挥发到空气中，具有特殊的刺激性臭味，其蒸汽由呼吸道吸入后对生物体的神经系统损害很大，长期吸入低浓度的酚蒸汽可引起慢性积累性中毒，常见有呕吐、腹泻、食欲不振、头晕、贫血和各种神经系统病症；吸入高浓度的酚蒸汽可引起急性中毒。环境中的酚类是大气污染物排放标准所要求的监测项目，同时也是环境重点工作涉及的污染物监测项目，因此对环境中的酚类测定方法进行修订，准确测定其含量，有效地为环境管理部门提供技术依据，对环境保护工作具有重要意义。

测定酚类化合物的方法有多种，有分光光度法，气相色谱法等，目前国内应用较为普遍的为4-氨基安替比林分光光度法。此方法由于显色剂只能与有邻位或间位的取代基的酚反应，不能与有对位基团(烷基或硝基等)的酚反应，所以测定的总酚含量小于实际样品的含量。气相色谱法测定酚类化合物为了提高方法灵敏度和选择性，往往需要进行衍生化反应。由于衍生化试剂合成较困难，毒性又大，操作过程繁琐，因此受到限制。而且，气相色谱法对酚类不能达到很好的基线分离。用液相色谱法测定酚类化合物可以保持原化合物的组成不变，直接测定，对各种不同取代基的酚类化合物可以同时进行分离和分析，此法具有重现性好，选择性好，灵敏度高，操作简便的优点。

本实验中应用岛津的超高效液相色谱LC-30A建立了7种常见酚类化合物的快速检测方法，使得每个样品仅三分钟就能完成色谱分析过程。

## 实验部分

### 1.1 试剂与仪器

#### 1.1.1 试剂

超纯水。

酚类标准储备液(ρ=1000 μg/mL)：分别准确称取苯酚、甲酚、间苯二酚、对氯苯酚、2,6-二甲酚、α-萘酚、β-萘酚各0.0250 g，用甲醇定容至25 mL。

#### 1.1.2 仪器

LC-30A液相系统

### 1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack XR ODS- II (3.0mm I.D.×75 mm L., 2.2 μm)；流动相：A：水；B：甲醇 A/B=50/50 (v/v)；流速：1.2 mL/min；洗脱方式：等度洗脱；柱温：40℃；紫外检测波长：223 nm，进样量：2 μL。

### 1.3 酚类标准品的配制

移取适量的酚类标准贮备液，以甲醇为溶剂配制成为5个不同浓度的混合标准溶液，浓度分别为0.5 μg/mL，1.0 μg/mL，2.0 μg/mL，5.0 μg/mL，10 μg/mL。于4℃冰箱中存放。

## 结果讨论

### 2.1 酚类化合物的标准曲线结果

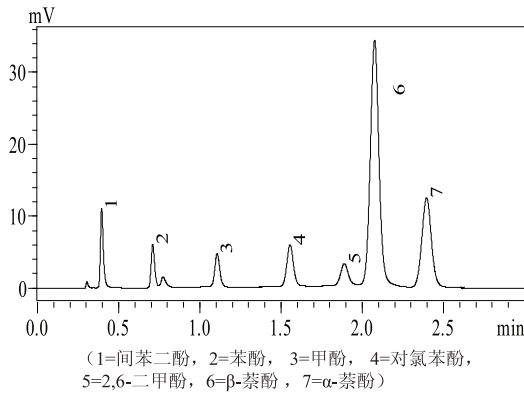


图1 酚类标准样品的色谱图

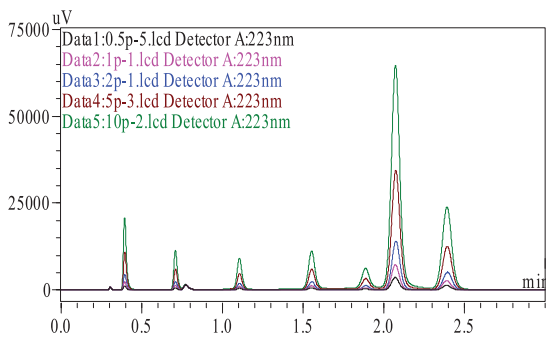


图2 五个不同浓度的酚类标准样品的色谱图

图1是浓度为5.0 μg/mL的酚类标准品色谱图，图2是五个不同浓度的标准溶液采集得到的色谱图。7种酚类化合物的校准曲线及方程如图3~图9所示。在0.5-10 μg/mL浓度范围内，相关系数R在0.9991-0.9998之间，线性关系良好。

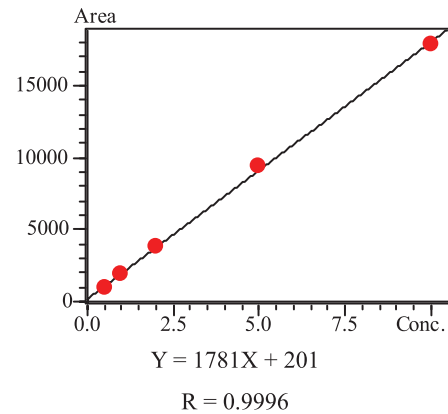


图4 苯酚的校准曲线

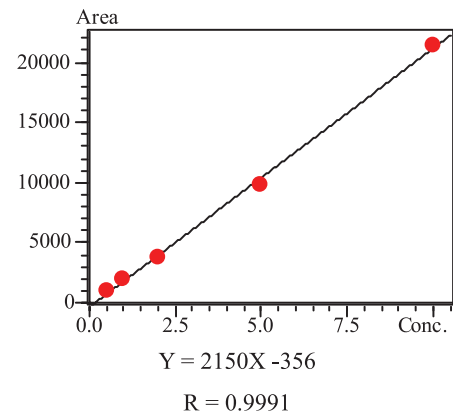


图5 甲酚的校准曲线

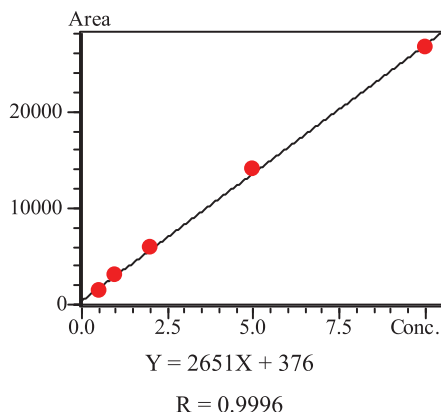


图3 间苯二酚的校准曲线

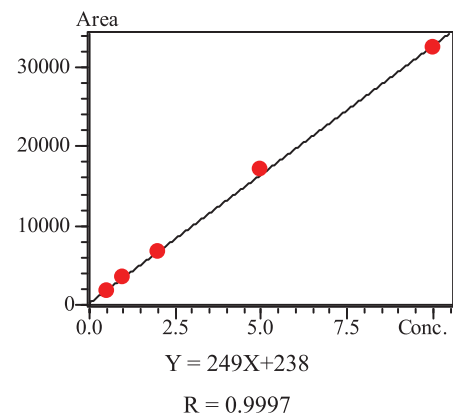


图6 对氯苯酚的校准曲线

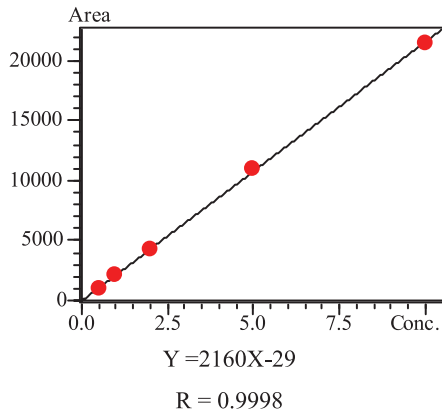
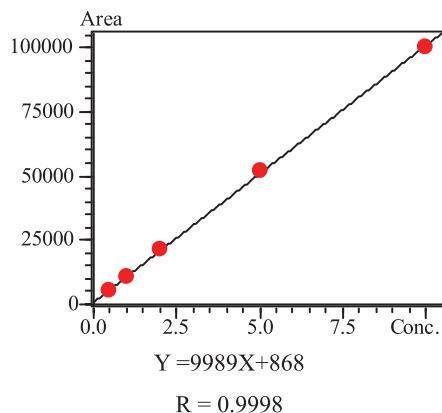


图 7 2,6-二甲酚的校准曲线


 图 8  $\beta$ -萘酚的校准曲线

 图 9  $\alpha$ -萘酚的校准曲线

## 2.2 方法的重现性

为了进一步考察该方法的重现性，本文对浓度为 1.0  $\mu\text{g/mL}$  的标准样品进行了 5 次重复进样，色谱图如图 10 所示。保留时间及峰面积的重现性结果(RSD%表示)如下。各组分保留时间的RSD%在0.027%和0.108%之间。标准品峰面积的RSD%在0.315和0.925%之间。结果的重现性良好。

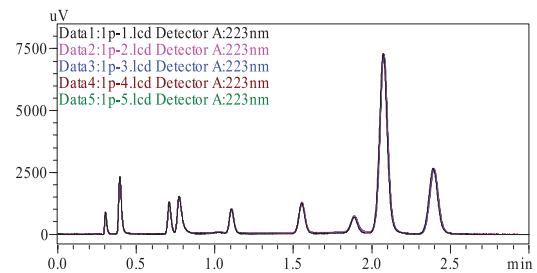


图 10 5 次重复进样的标准品色谱图

表 1 酚类标准溶液保留时间的重现性结果

化合物名称	平均保留时间(min)	RSD%
间苯二酚	0.396	0.027
苯酚	0.710	0.029
甲酚	1.107	0.045
对氯苯酚	1.554	0.065
2,6-二甲酚	1.888	0.086
$\beta$ -萘酚	2.075	0.096
$\alpha$ -萘酚	2.394	0.108

表 2 酚类标准溶液峰面积的重现性结果

化合物名称	平均峰面积	RSD%
间苯二酚	2951	0.315
苯酚	1936	0.515
甲酚	1954	0.653
对氯苯酚	3387	0.443
2,6-二甲酚	2257	0.925
$\beta$ -萘酚	26332	0.820
$\alpha$ -萘酚	10688	0.324

### 2.3 方法的灵敏度

7种酚类化合物在不同浓度下的信噪比(S/N)见表3, 由此计算得到的各组分的最低检出限(LOD表示)、最低定量限(LOQ表示)同样见表3。方法的最低检出限为0.01-0.10  $\mu\text{g/mL}$ 之间, 最低定量限为0.03-0.31 $\mu\text{g/mL}$ 之间, 方法的灵敏度良好。

表3 酚类化合物的最低检出限及最低定量限

化合物名称	S/N					LOD( $\mu\text{g/mL}$ )	LOQ( $\mu\text{g/mL}$ )
	0.5 $\mu\text{g/mL}$	1.0 $\mu\text{g/mL}$	2.0 $\mu\text{g/mL}$	5.0 $\mu\text{g/mL}$	10 $\mu\text{g/mL}$		
间苯二酚	53	121	237	603	917	0.03	0.09
苯酚	29	68	134	337	530	0.05	0.16
甲酚	23	52	102	262	421	0.07	0.21
对氯苯酚	29	67	131	332	516	0.05	0.16
2,6-二甲酚	14	36	69	178	287	0.10	0.31
$\beta$ -萘酚	174	399	778	1969	3046	0.01	0.03
$\alpha$ -萘酚	68	145	282	716	1125	0.03	0.09

### ■ 结论

本实验中使用LC-30A系统, 开发了7种常见酚类化合物的检测方法。本法具有快速便捷, 重现性好和灵敏度高等优点, 可用于水体及空气样品的酚类化合物含量的测定。