

气相色谱法测定水质中 13 种酚类化合物含量

GC-313

摘要：本文参照《HJ 676-2013 水质 酚类化合物的测定 液液萃取 / 气相色谱法测定》，利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了水质中 13 种酚类化合物含量的测定方法。在标准曲线范围内，13 种酚类化合物线性关系良好，线性相关系数均大于 0.999，重复性测试中各化合物峰面积重复性 RSD 均小于 3%。13 种化合物加标回收率在 80.8%-106.7% 之间，回收率结果良好。该分析方法灵敏度高，重复性好，可供相关检测人员参考使用。

关键词：气相色谱法 水质 酚类化合物

技术特点：

- ❖ 优化色谱条件，各化合物峰型和分离度均良好。
- ❖ 本方法灵敏度、重复性均符合标准要求，可为相关检测人员提供参考。

水是生命之源，动植物的生存都离不开水。无论江河湖泊还是生活饮用水，对我们人类都至关重要，所以对水资源的检测管理是必不可少的。水中的有害物质监测对水环境的保护和维持生态环境有非常重要的作用。

酚类化合物易溶于水，是水中常见的有机污染物。长期低剂量接触可能导致头痛、皮疹、贫血、食欲不振、

消化系统及神经系统症状，高浓度摄入可能导致中枢神经抑制、昏迷，严重者可致死。因此，对水质酚类化合物的测定是非常有必要的。

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》，利用岛津 GC-2030 气相色谱仪，建立了水质中酚类化合物的分析方法。该方法灵敏度高，结果准确，可为相关检测人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪 Nexis GC-2030

1.2 分析条件

色 谱 柱：	SK-5, 30 m×0.25 mm×0.25 μm		
柱 温 程 序：	50 °C (5 min)_6 °C /min_150 °C_20 °C /min_280 °C_30 °C /min_300 °C (2 min)		
进 样 口 温 度：	250 °C	检 测 器 温 度：	300 °C
载 气 控 制 方 式：	线速，线速 35.0 cm/s	氢 气 流 量：	32 mL/min
进 样 量：	1 μL	空 气 流 量：	200 mL/min
进 样 方 式：	不分流进样	尾 吹 气 流 量：	24 mL/min
检 测 器：	FID		

1.3 样品前处理流程

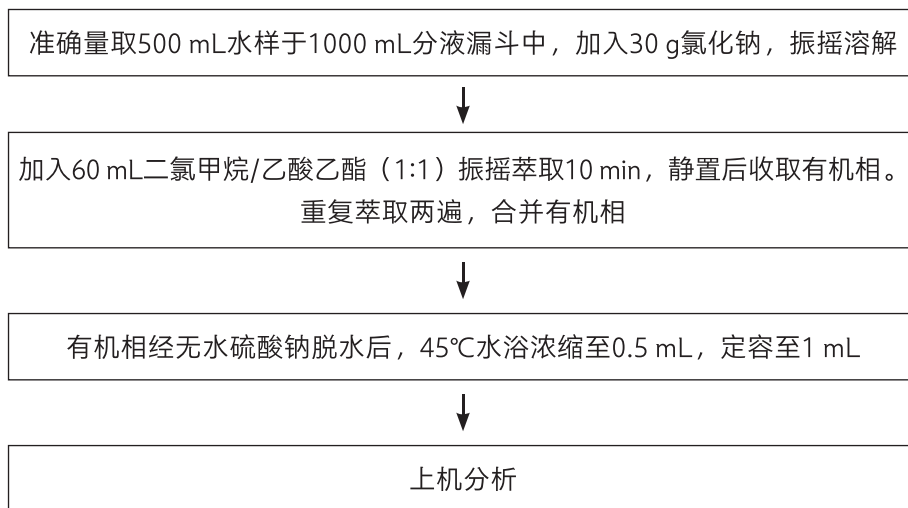


图1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

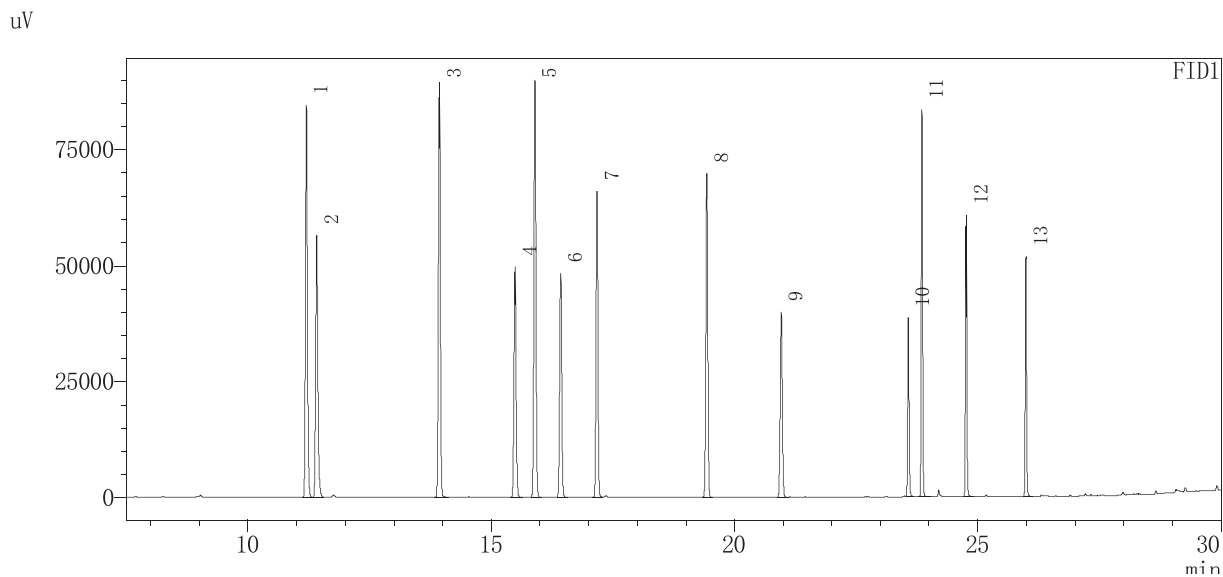


图2 13种酚类化合物标准溶液色谱图（10 mg/L）

表1 化合物信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	苯酚	Phenol	108-95-2	11.201
2	2- 氯酚	2-Chlorophenol	95-57-8	11.413
3	3- 甲酚	3-Methylphenol	108-39-4	13.933
4	2- 硝基酚	2-Nitrophenol	88-75-5	15.487
5	2,4- 二甲酚	2,4-Dimethylphenol	105-67-9	15.897
6	2,4- 二氯酚	2,4-Dichlorophenol	120-83-2	16.426
7	4- 氯酚	4-Chlorophenol	106-48-9	17.172
8	4- 氯 -3- 甲酚	4-Chloro-3-methylphenol	59-50-7	19.428
9	2,4,6- 三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	20.959
10	2,4- 二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	23.571
11	4- 硝基酚	4-Nitrophenol	100-02-7	23.851
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	2-Methyl-4,6-dinitrophenol	534-52-1	24.759
13	五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	25.986

2.2 标准曲线和检出限

准确移取 13 种酚类化合物标准溶液，用二氯甲烷 / 乙酸乙酯 (1:1) 混合溶液稀释，分别配制浓度为 1.0、2.5、5.0、10、20 mg/L 的系列标准工作溶液 (各化合物标准曲线浓度范围见表 2)。以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，部分化合物标准曲线如图 3 所示。根据最低点标样数据，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。线性相关系数和检出限结果如表 2 所示。

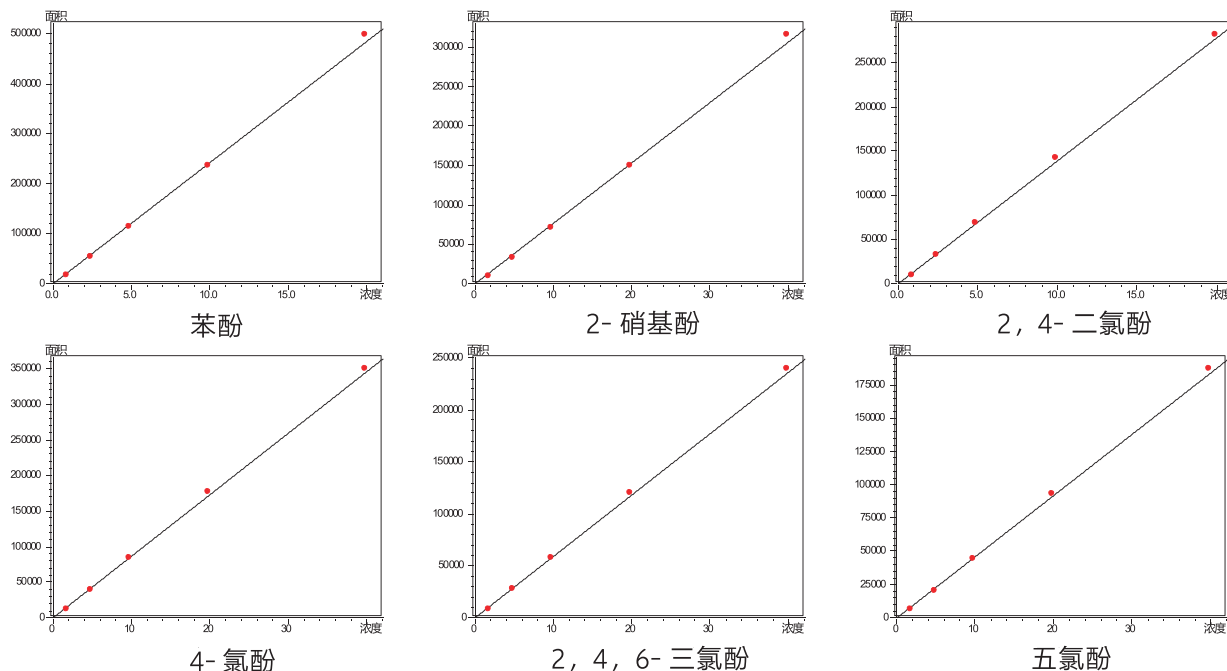


图3 部分酚类化合物校准曲线

表 2 线性相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	浓度范围 (mg/L)	相关系数 R	检出限 (µg/L)
1	苯酚	1.0-20	0.9998	0.04
2	2- 氯酚	2.0-40	0.9998	0.09
3	3- 甲酚	1.0-20	0.9998	0.06
4	2- 硝基酚	2.0-40	0.9998	0.12
5	2,4- 二甲酚	1.0-20	0.9997	0.03
6	2,4- 二氯酚	1.0-20	0.9998	0.04
7	4- 氯酚	2.0-40	0.9998	0.10
8	4- 氯 -3- 甲酚	1.0-20	0.9999	0.05
9	2,4,6- 三氯酚	2.0-40	0.9999	0.10
10	2,4- 二硝基酚	5.0-100	0.9999	0.27
11	4- 硝基酚	2.0-40	0.9999	0.15
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	5.0-100	0.9997	0.33
13	五氯酚	2.0-40	0.9999	0.08

2.3 重复性实验

取最低点标准溶液（浓度 1.0 mg/L），连续进样 6 次，进行重复性测试，测定结果见表 3。

表 3 峰面积重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	苯酚	12548	12265	12438	12593	12621	12645	1.15
2	2- 氯酚	9716	9552	9652	9824	9871	9922	1.45
3	3- 甲酚	13084	12607	12926	13262	13276	13013	1.90
4	2- 硝基酚	7375	7326	7558	7534	7598	7680	1.80
5	2,4- 二甲酚	13036	12808	13080	13142	13157	13174	1.05
6	2,4- 二氯酚	7836	7630	7857	7901	7889	7934	1.39
7	4- 氯酚	9520	9266	9507	9613	9609	9663	1.49
8	4- 氯 -3- 甲酚	10159	9993	10232	10284	10379	10348	1.38
9	2,4,6- 三氯酚	6556	6563	6707	6656	6674	6813	1.44
10	2,4- 二硝基酚	3034	3054	3111	3116	3192	3201	2.20
11	4- 硝基酚	7710	7557	7659	8037	7990	7955	2.57
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	4455	4457	4505	4630	4567	4741	2.45
13	五氯酚	4876	4885	4927	4995	4975	5027	1.24

2.4 样品及加标回收实验

取某地表水样品，按前述前处理进行处理并测定，该水样色谱图见图4，该水样未检测出该13种酚类化合物。以该水样为空白，进行加标实验，加标浓度为2.0 mg/L（部分物质浓度翻倍），平行处理6份样品，前处理后上机，测定结果见表4。

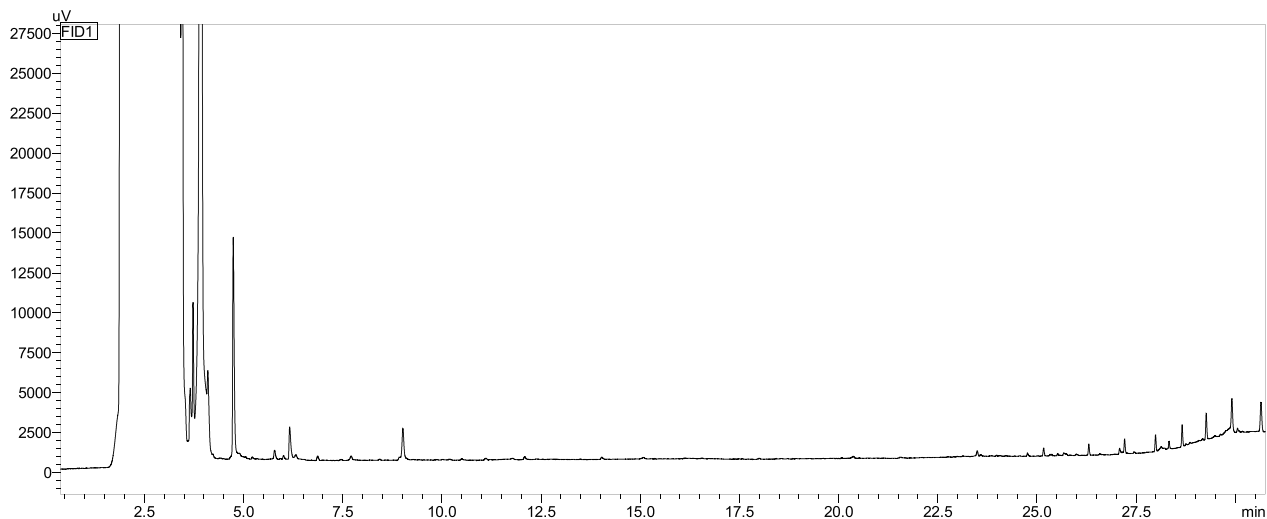


图4 某地表水样品色谱图

表4 回收率测试结果 (n=6)

No.	化合物名称	测试值 (mg/L)						平均回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	苯酚	2.08	2.09	2.11	2.10	2.09	2.11	104.8
2	2- 氯酚	4.25	4.26	4.28	4.28	4.28	4.28	85.4
3	3- 甲酚	2.06	2.08	2.09	2.09	2.07	2.10	104.0
4	2- 硝基酚	4.07	4.11	4.11	4.14	4.15	4.15	82.4
5	2,4- 二甲酚	2.02	2.03	2.03	2.04	2.04	2.05	101.8
6	2,4- 二氯酚	2.11	2.13	2.13	2.14	2.15	2.15	106.7
7	4- 氯酚	4.14	4.17	4.15	4.19	4.18	4.20	83.5
8	4- 氯 -3- 甲酚	2.05	2.07	2.07	2.07	2.08	2.09	103.6
9	2,4,6- 三氯酚	4.21	4.22	4.24	4.25	4.28	4.28	84.9
10	2,4- 二硝基酚	8.83	9.01	9.24	9.24	9.32	9.25	91.5
11	4- 硝基酚	4.00	4.01	4.04	4.05	4.07	4.09	80.8
12	2- 甲基 -4,6- 二硝基酚	8.80	8.89	8.99	9.11	9.13	9.11	90.0
13	五氯酚	3.99	4.03	4.02	4.06	4.07	4.07	80.8

■ 结论

本文采用了岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，参考《HJ676-2013 水质 酚类化合物的测定 液液萃取 / 气相色谱法》，建立了 13 种酚类化合物含量检测的方法。在标准曲线范围内，各化合物线性关系良好，相关系数大于 0.9995。重复性测试中，各化合物峰面积重复性 RSD 均小于 3%。加标实验中各化合物加标回收率在 80.8%-106.7% 之间。结果表明，该分析方法灵敏度高，重复性好，可供相关检测人员参考使用。

岛津应用云

