

水中酚类化合物的测定 (HJ 676-2013)



技术优势：Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪
与 FID 联用



前言

HJ 676-2013 是一种经中国环境保护部批准，使用气相色谱结合火焰离子化检测 (FID) 测定水中 13 种酚类化合物的方法。该方法规定了用于样品提取、分析、鉴定和定量的流程 [1]。

本应用简报表明，Agilent Intuvo 9000 气相色谱系统可轻松实现方法 HJ 676-2013 中给出的酚类分析的性能指标。

仪器

- Intuvo 9000 气相色谱系统与 FID 联用
- Agilent DB-5ms UI 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm 色谱柱
- 所有仪器设置均与方法中所列的设置相同
- 芯片式保护柱以柱温箱跟踪模式运行

样品前处理

- 用浓度为 250 μg/mL 的 13 种酚类储备混合液配制本研究的标样
- 用 1:1 (v/v) 的二氯甲烷和乙酸乙酯混合物配制方法中所列的浓度范围为 1 至 250 μg/mL 的标样

如需了解更多信息，请访问：

www.agilent.com



Agilent Technologies

结果与讨论

图 1 示出了浓度为 25 $\mu\text{g/mL}$ 时 13 种酚类的色谱图示例。表 1 列出了各个峰的归属。应注意 2,4-二硝基苯酚、4-硝基苯酚和五氯苯酚的峰形。这些化合物在酚类中酸性最强，并且最难分析。Intuvo 对这些化合物的分析表现出良好的性能，显示出从进样口到检测器的流路的高度惰性。

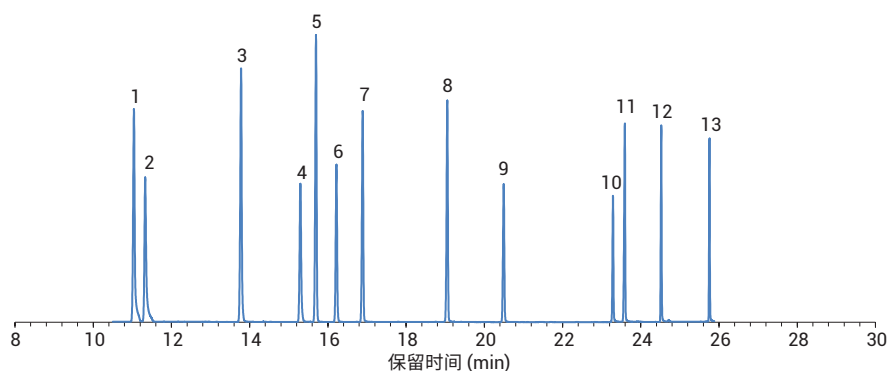


图 1. 13 种目标酚类的色谱图

基于洗脱目标物的保留时间位于相应保留时间范围之内进行化合物鉴定。该时间范围被定义为校准标样的平均保留时间的正负三倍标准偏差 ($t \pm 3s$)。表 1 列出了平均保留时间、标准偏差、保留时间窗口和保留时间范围。保留时间精度良好。对于两个紧邻洗脱的化合物苯酚和 2-氯酚，保留时间窗口并未重叠。因此可以可靠地单独鉴定和定量这两种化合物。

定量基于仪器响应校准进行。可使用峰面积来构建拟合为直线的校准曲线。为了使校准有效，相关系数必须大于或等于 0.995，并且中间校准标样的计算浓度必须在实际浓度的 $\pm 20\%$ 内。表 2 列出了相关系数、中间标样的计算浓度和相应的误差。所有目标值均超过方法校准要求。

方法要求进行重现性测试。对于 10 次进样，峰面积的相对标准偏差百分比 (RSD) 应在 $\pm 25\%$ 范围内。图 2 示出了 25 $\mu\text{g/mL}$ 标样 10 次重复进样的叠加图。对于所有 13 种酚类，峰面积 RSD 远低于 25% 的限值。

表 1. 目标物鉴定的保留时间窗口

编号	目标物	平均 RT (min)	标准偏差 (min)	RT 窗口 (min)	范围 (min)
1	苯酚	11.036	0.015	10.992-11.080	0.09
2	2-氯酚	11.335	0.014	11.292-11.377	0.08
3	3-甲基苯酚	13.774	0.015	13.728-13.819	0.09
4	2-硝基苯酚	15.301	0.018	15.246-15.355	0.11
5	2,4-二甲苯	15.691	0.013	15.653-15.729	0.08
6	2,4-二氯苯酚	16.216	0.010	16.185-16.246	0.06
7	4-氯酚	16.893	0.020	16.833-16.952	0.12
8	4-氯-3-甲基苯酚	19.049	0.011	19.016-19.801	0.06
9	2,4,6-三氯苯酚	20.498	0.017	20.448-20.548	0.10
10	2,4-二硝基苯酚	23.307	0.030	23.217-23.396	0.18
11	4-硝基苯酚	23.593	0.027	23.510-23.675	0.16
12	2-甲基-4,6-二硝基苯酚	24.539	0.027	24.458-24.619	0.16
13	五氯苯酚	25.758	0.008	25.733-25.783	0.05

表 2. 目标化合物的校准指标

编号	目标物	相关系数	中间标样的计算浓度 (µg/mL)	计算中间标样浓度的百分比误差
1	苯酚	0.9998	24.7	-1.4
2	2-氯酚	0.9998	51.0	1.9
3	3-甲基苯酚	0.9998	24.9	-0.5
4	2-硝基苯酚	0.9998	50.6	1.3
5	2,4-二甲苯	0.9998	24.9	-0.4
6	2,4-二氯苯酚	0.9998	51.0	2.0
7	4-氯酚	0.9998	51.1	2.1
8	4-氯-3-甲基苯酚	0.9998	25.1	0.3
9	2,4,6-三氯苯酚	0.9998	50.9	1.9
10	2,4-二硝基苯酚	0.9998	124.2	-0.6
11	4-硝基苯酚	0.9999	50.8	1.6
12	2-甲基-4,6-二硝基苯酚	0.9999	125.0	0.0
13	五氯苯酚	0.9999	50.8	1.6

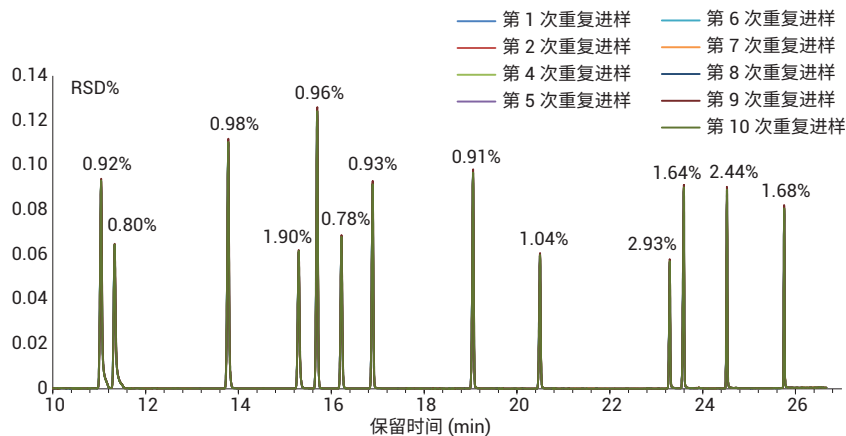


图 2. 标记峰面积 RSD 百分比的 10 次重复进样叠加图

结论

Agilent Intuvo 9000 气相色谱系统对酚类的分析表现出优异的性能并满足 HJ 676-2013 中所规定的要求。

参考文献

1. Water Quality – Determination of Phenolic Compounds Liquid-Liquid Extraction Gas Chromatography. 中国国家环境保护标准, HJ 676-2013

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

安捷伦科技大学:

<http://www.lscs-china.com.cn/agilent>

浏览和订阅 Access Agilent 电子期刊:

www.agilent.com/chem/accessagilent-cn

www.agilent.com

本资料中的信息、说明和指标如有变更,
恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2017
2017 年 12 月 1 日, 中国出版
5991-8319ZHCN



Agilent Technologies