

水质 硝基酚类化合物的测定

SGLC-GC/MS-020

摘要: 本文建立了 12 种硝基酚类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1150-2020 中色谱方法, 采用色谱柱 SH-I-5Sil MS 对 12 种硝基酚类化合物进行分析, 岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪进行检测。结果表明, 12 种硝基酚类化合物峰形对称, 重现性好, 满足标准要求。本方法可为 12 种硝基酚类化合物的测定提供参考。

关键词: 水质 硝基酚类 SH-I-5Sil MS GC-MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置: 岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪;

纯水机: PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)

色谱柱: SH-I-5Sil MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m; P/N: 221-75954-30);

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合标准使用液的制备

取市售硝基酚类混合标准品适量, 用二氯甲烷稀释定容至 2.0 mg/L, 作为混合标准使用液。

1.3 分析条件

GC 条件

毛细管柱: SH-I-5Sil MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m; P/N: 221-75954-30)

程序升温: 初始温度 50 $^{\circ}$ C, 保持 5 min, 以 8 $^{\circ}$ C/min 升温到 250 $^{\circ}$ C, 保持 4 min

载气: He

载气控制模式: 恒线速度

流速: 1.0 ml/min

进样口温度: 220 $^{\circ}$ C

进样量：1 μ L

进样方式：不分流进样

质谱条件

电离模式：电子轰击电离（EI）

电子轰击能量：70 eV

离子源温度：230 $^{\circ}$ C

接口温度：260 $^{\circ}$ C

溶剂延迟：3 min

数据采集模式：SIM

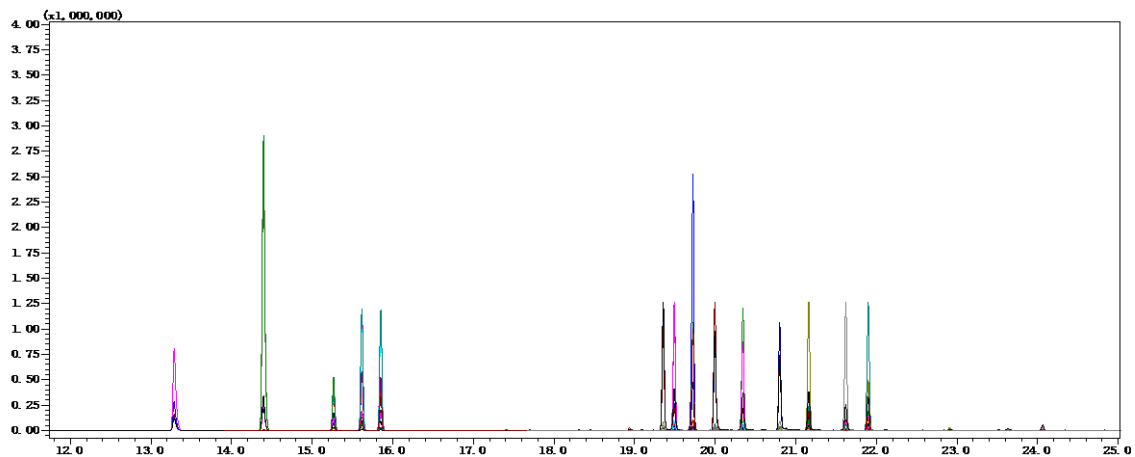
各化合物 SIM 参数见下表

No.	化合物名称	定量离子	定性离子
1	2-硝基酚	139	81, 65
2	3-甲基-2-硝基酚	136	153, 77
3	4-甲基-2-硝基酚	153	154, 77
4	5-甲基-2-硝基酚	153	123, 77
5	2, 5-二硝基酚	184	63, 53
6	3-硝基酚	139	93, 65
7	2, 4-二硝基酚	184	154, 63, 107
8	4-硝基酚	139	109, 65
9	2, 6-二硝基酚	184	126, 63
10	3-甲基-4-硝基酚	136	153, 77
11	6-甲基-2, 4-二硝基酚	198	105, 121, 51
12	2, 6-二甲基-4-硝基酚	167	91, 77, 137

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，混合标准使用液色谱图如下：

混合标准使用液



重现性数据

目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
2-硝基酚	13.292	13.291	13.287	0.01	194,849	203,146	204,027	2.52
3-甲基-2-硝基酚	15.267	15.268	15.266	0.01	99,166	102,453	103,209	2.11
4-甲基-2-硝基酚	15.617	15.618	15.616	0.11	223,736	232,100	233,342	2.27
5-甲基-2-硝基酚	15.852	15.852	15.851	0.01	220,684	229,595	231,153	2.48
2, 5-二硝基酚	19.357	19.358	19.354	0.01	94,978	96,682	96,039	0.89
3-硝基酚	19.494	19.496	19.492	0.01	178,850	187,303	190,522	3.24
2, 4-二硝基酚	19.997	19.998	19.995	0.01	71,060	71,782	72,466	0.97
4-硝基酚	20.345	20.347	20.343	0.01	154,186	158,795	162,027	2.48
2, 6-二硝基酚	20.916	20.804	20.800	0.31	55,122	55,505	54,817	0.62
3-甲基-4-硝基酚	21.163	21.166	21.160	0.01	167,560	171,352	177,261	2.84
6-甲基-2, 4-二硝基酚	21.622	21.623	21.62	0.01	120,410	123,443	123,260	1.38
2, 6-二甲基-4-硝基酚	21.901	21.901	21.899	0.01	225,985	234,887	237,689	2.62

3. 结论

本文建立了 12 种硝基酚类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1150-2020 的方法，采用色谱柱 SH-I-5Sil MS 对 12 种硝基酚类化合物进行分析，岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪进行检测。结果表明，12 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好，满足标准要求。本方法可为 12 种硝基酚类化合物的测定提供参考。