

F-HZ-HJ-SZ-ISO-042

水质—硝基苯酚的测定—固相萃取气相色谱质谱联用法

1 适用范围

本方法适用于饮用水、地下水、地表水中质量浓度大于 $0.5\mu\text{g/L}$ 的硝基苯酚的测定。包括 2—硝基苯酚、3—硝基苯酚、3—硝基苯酚、4—甲基—2—硝基苯酚、3—甲基—4—硝基苯酚、5—甲基—2—硝基苯酚、3—甲基—2—硝基苯酚、2,4—二硝基苯酚、2,5—二硝基苯酚、2,6—二硝基苯酚、2,4—二硝基—6—甲基苯酚、2,6—二甲基—4—硝基苯酚、2,4—二氯—6—硝基苯酚、2,6—二氯—4—硝基苯酚。

2 原理概要

对酸化后的样品进行固相萃取，然后用溶剂洗脱，用重氮甲烷衍生，气相色谱和质谱测定。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

使用玻璃或不锈钢的容器。

带玻璃塞的棕色平底烧瓶，滤筒，真空或压力装置，量瓶，制备重氮甲烷的装置（包括双颈圆底烧瓶，过滤漏斗，蒸馏柱，蒸馏头，冷凝器，吸收重氮甲烷的烧瓶，安全瓶），毛细管柱气相色谱，注射器，毛细管柱，玻璃纤维滤纸。

3.2 主要试剂

水要用二次蒸馏的水。

气相色谱和质谱所用气体，高纯氮气（99.996%，V/V），2mol/L 盐酸，二乙基醚，氢氧化钾，乙醇，N—甲基—N—亚硝基—4—甲苯磺酰胺，乙酸，溶剂（丙酮，甲醇，乙酸乙酯），甲基化的酚，参比物，内标物（2,4—二溴苯酚，2,6—二溴苯酚，2,3,6—三氯苯酚，2,4,6—三溴苯酚，四种之中选两种）。

4 过程简述

4.1 采样

采样参照 ISO 5667-1、ISO 5667-2、ISO 5667-3。

用仔细清洗过的棕色平底玻璃烧瓶采样，加入 2mL 盐酸。样品 pH 值应小于 2。

4.2 固相富集

4.2.1 活化柱子

加入 3mL 乙酸乙酯，等 5 分钟，使其变干，加入 3mL 甲醇，不要使其变干，用 10mL 水代替甲醇，酸化至 pH 值为 2，不要让柱子变干。

4.2.2 富集

活化柱子后立即富集。将一定体积的样品以 $3\text{mL/min} \sim 5\text{mL/min}$ 的流速流过柱子，用水洗吸着剂，酸化至 pH 值为 2，用氮气干燥。

4.2.3 洗脱

用 2mL 乙酸乙酯洗脱，每隔 1 分钟加入少量溶剂。在室温下用氮气浓缩洗出液至 0.5mL。

4.3 用重氮甲烷衍生

加入足量的重氮甲烷溶液，塞上烧瓶，让反应在黑暗中进行。反应完成后，用氮气蒸发溶液至不小于 $200\mu\text{L}$ 的体积。

4.4 测试

需校准和做空白监测。

5 准确度与精密度

实验室间地表水的测试数据验证，回收率为 78.9% ~ 154.2%，重现性标准偏差 0.149 ~

1.952 μ g/L，重现性变异系数 6.7% ~ 37.4%，重复性标准偏差 0.077 ~ 1.330 μ g/L，重复性变异系数 7.4% ~ 20.6%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 17495：2001（E）