

## F-HZ-HJ-SZ-ISO-001

### 水质——一价酚类的测定——衍生和气相色谱法

#### 1 适用范围

本方法适用于饮用水、地下水和中度污染的地表水中酚类污染物的测定。包括苯酚、2—甲基苯酚、3—甲基苯酚、4—甲基苯酚、2,4—二甲基苯酚、4—乙基苯酚、2,6—双(1,1—二甲基乙基)—4—甲基苯酚、2—苯基苯酚、2—苄基酚、2—苄基—4—甲基苯酚、2—氯苯酚、3—氯苯酚、4—氯苯酚、4—氯—2—甲基苯酚、4—氯—3—甲基苯酚、6—氯—3—甲基苯酚、2,4—二氯—3,5—二甲基苯酚、2—氯—4—叔丁基苯酚、2—环戊基—4—氯苯酚、4—氯—2—苄基苯酚、6—氯—5—甲基—2—(1—甲基乙基)苯酚、2,3—二氯苯酚、2,4—二氯苯酚、2,5—二氯苯酚、2,6—二氯苯酚、2,4,6—三氯苯酚、2,3,5—三氯苯酚、2,4,5—三氯苯酚、2,3,6—三氯苯酚、2,3,4,5—四氯苯酚、2,3,4,6—四氯苯酚、2,3,5,6—四氯苯酚、五氯苯酚。

#### 2 原理概要

未过滤的水样中所含的酚类通过正己烷和五氟苯甲酰氯选择性的衍生，此选择性的衍生反应可通过控制溶液的加入得到验证。气相色谱使用相同分流比、不同极性的两根毛细管柱用电子捕获检测器检测。

#### 3 主要仪器和试剂

##### 3.1 仪器

棕色平底玻璃瓶，分液漏斗，有刻度的烧瓶，有刻度的圆底烧瓶，量筒，注射器，气相色谱装置。

##### 3.2 主要试剂

1mol/L 氢氧化钠溶液，亚硫酸钠，1mol/L 碳酸氢钠溶液，硫酸，高纯度正己烷，癸烷，五氟苯甲酰氯，无水硫酸钠，高纯度的甲醇或丙酮，酚贮备溶液。

#### 4 过程简述

##### 4.1 采样

采样的操作参照 ISO 5667-1、ISO 5667-2、ISO 5667-3。

##### 4.2 样品制备

在棕色瓶中每 1000mL 试样体积加 2mL 硫酸，用水样加满瓶子，pH 值应小于 2。瓶子放在冰箱中 4 天左右待分析，浓缩要在 48h 之内或一周内完成。

##### 4.2.1 萃取

在 250mL 分液漏斗中加 80mL 水样，加入 1mol/L 氢氧化钠溶液至 pH 值为 11，加 10 $\mu$ L 控制溶液和 20mL 正己烷，萃取。

##### 4.2.2 衍生

衍生步骤要在萃取步骤之后马上进行，将 20mL 1mol/L 碳酸氢钠溶液、20mL 正己烷、20 $\mu$ L 五氟苯甲酰氯加入到分液漏斗的正己烷相中，立即振摇，静置 10min 分层，放掉水溶液，在有机相中加 50mL 1mol/L 氢氧化钠溶液振摇 1min，分层，将有机相通过无水硫酸钠滤入试管中，用于气相色谱分析。

##### 4.3 气相色谱条件

使用非极性和中极性的分离毛细管柱比较合适。一般使用电子捕获检测器。为了确保定性和定量的结果，化合物需在极性明显不同的两根毛细管柱上分析，最好是将两根柱子连接到同一进样器上。

#### 5 来源

国际标准化组织，ISO 8165-2：1999 (E)