

工作场所空气有毒物质测定 五氯酚和五氯酚钠

陈卿卿, 陈宇洋, 金字雨

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 空气中气溶胶态和蒸气态共存的五氯酚和五氯酚钠用微孔滤膜与装有乙二醇的大气泡吸收管串联采样, 经 C18 液相色谱柱分离, 紫外检测器检测, 以保留时间定性, 峰高或峰面积定量。

关键词: 五氯酚; 五氯酚钠; 有毒物质

1 检测方法

依据国家标准: 工作场所空气有毒物质测定 五氯酚和五氯酚钠 (GBZ/T 300.93—2017)。

2 试剂和材料

- (1) 实验用水: 娃哈哈矿泉水
- (2) 甲醇 (CH₃OH): 色谱纯
- (3) 乙酸铵: 分析纯
- (4) 乙二醇: 色谱纯
- (5) 标准溶液: 国家认可的五氯酚标准溶液 (1000 mg/L)

3 仪器和装置

- (1) 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 双波长-紫外检测器
- (2) 色谱柱: Sunniest C18 色谱柱, 4.60 mm * 250 mm, 粒径为 5.0 μm
- (3) 空气采样器: 流量 0 L/min-2 L/min
- (4) 大气泡吸收管
- (5) 天平: 精度为 0.0001 g
- (6) 小采样夹, 滤料直径为 25 mm
- (7) 针头过滤器: 0.45 μm 有机滤膜
- (8) 抽滤装置 (抽滤瓶、真空泵)
- (9) 超声仪器
- (10) 微孔滤膜 0.45 μm

4 实验

4.1 五氯酚标准使用液配置

4.1.1 一级标准溶液

准确移取标准液 0.4 mL 至 10 mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，配制成浓度为 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯酚标准溶液。

4.1.2 二级标准溶液

准确移取一级标准溶液（5.1.1）5 mL 至 10 mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，配制成浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯酚标准溶液。

4.1.3 三级标准溶液

准确移取二级标准溶液（5.1.2）2.5 mL 至 10 mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，配制成浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯酚标准溶液。

4.1.4 四级标准溶液

准确移取三级标准溶液（5.1.3）4 mL 至 10 mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，配制成浓度为 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯酚标准溶液。

4.1.5 五级标准溶液

准确移取四级标准溶液（5.1.4）5 mL 至 10 mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，配制成浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯酚标准溶液。

4.1.6 六级标准溶液

准确移取五级标准溶液（5.1.5）1 mL 至 10 mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，配制成浓度为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的五氯酚标准溶液。

4.2 样品制备（参考 GBZ/T 300.93—2017 中样品处理方法）

4.2.1 样品的采集

在采样点，串联装好微孔滤膜的小采样夹（在前）和装有 5.0 mL 乙二醇的大气泡吸收管，以 1.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。

4.2.2 样品的制备

将滤膜转移入吸收管内，将其浸入吸收液后超声 10 min。待滤膜与吸收液混合均匀后用 5 mL 流动相洗涤吸收管内外管壁，摇匀，供测定。若样品溶液中有固体颗粒物，用针头式过滤器过滤后测定。

4.2.3 加标样品制备

将相应标准物质加入到乙二醇的大气泡吸收管中,再按照 5.2.1 和 5.2.2 步骤制备加标样品,分别得到加标浓度为(以五氯酚计) 0.50 mg/L、4.00 mg/L、10.00 mg/L 三个浓度的混合加标样品,用针头式过滤器过滤后测定。

4.2.4 空白样品制备

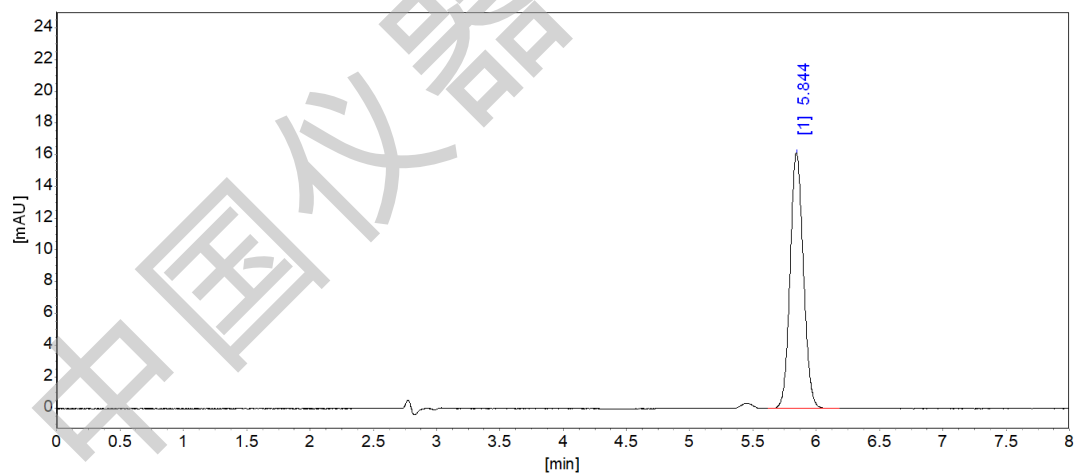
在采样点,打开装好微孔滤膜的小采样夹,立即取出滤膜,放入串联的吸收管的乙二醇中,按照 5.2.2 步骤制备空白样品,用针头式过滤器过滤后测定。

4.3 仪器条件

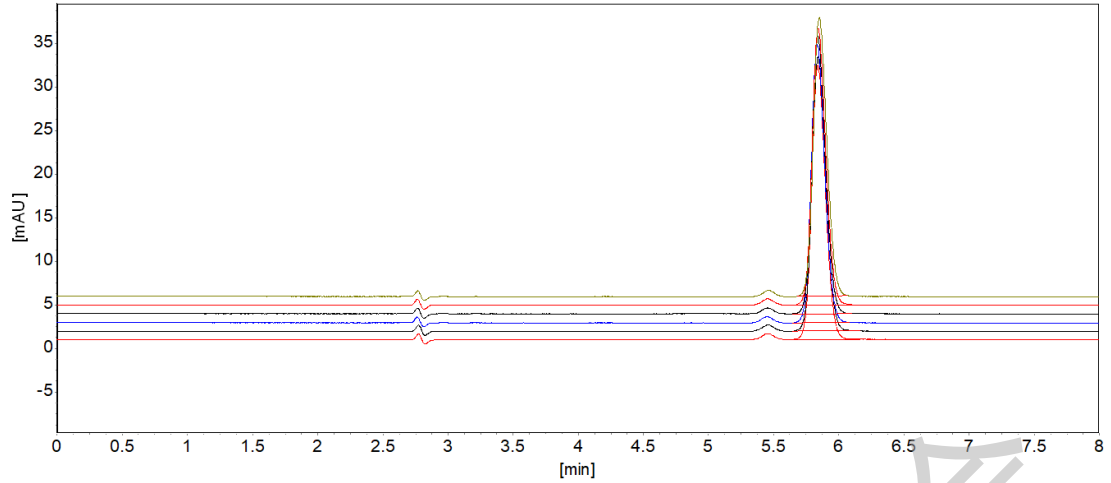
- a) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;
- b) 流动相: 乙酸铵: 甲醇=20: 80;
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测器: 300 nm;
- e) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;
- g) 进样量: 10 μL 。

4.4 分析结果

4.4.1 五氯酚标准溶液典型谱图及结果 (二级标准溶液)



4.4.2 五氯酚标准溶液六针重复性谱图及结果 (一级标准溶液)

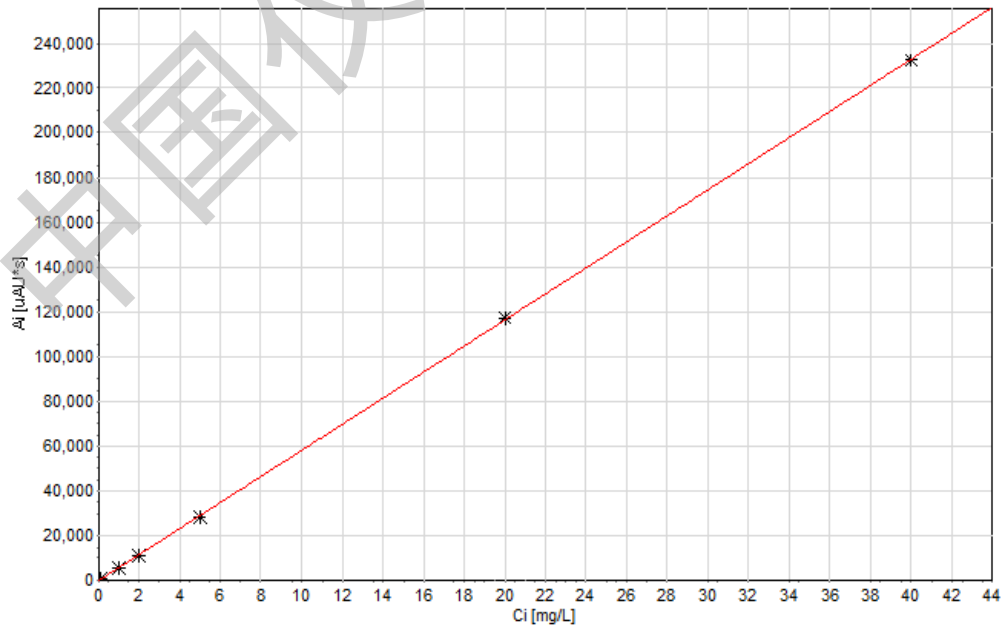


峰序	组分名	保留时间平均值/min	保留时间 RSD/%	面积平均值/ $\mu\text{AU}\cdot\text{s}$	面积 RSD/%	峰高平均值/ μAU	峰高 RSD/%	谱图数
1	五氯酚	5.842	0.085	233585.3	0.478	31690.4	0.64	6

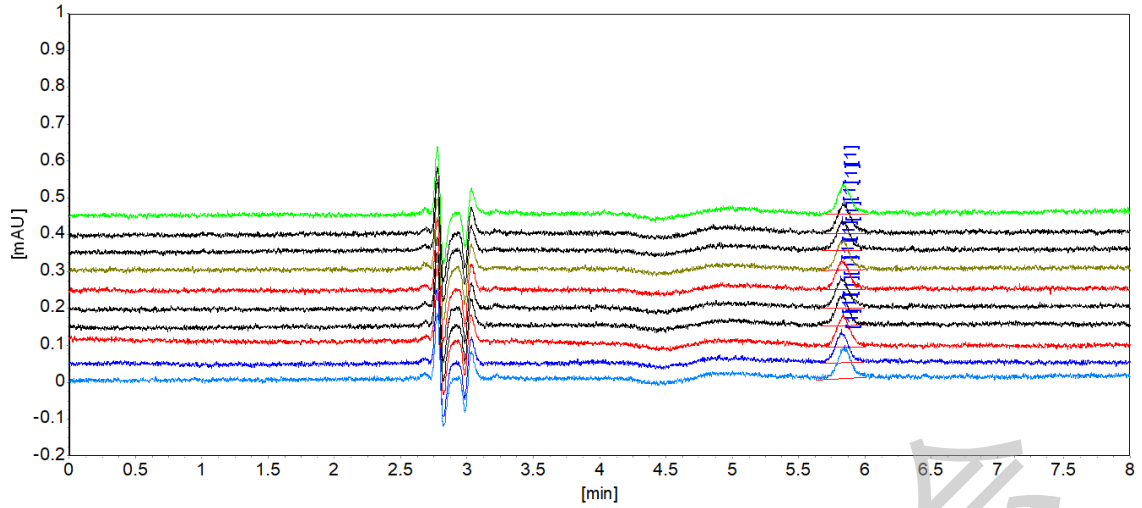
4.4.3 标准曲线

标准曲线的绘制：分别进样浓度（以五氯酚计）为 0.1 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L 的标准系列溶液各 10 μL ，进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标，以目标物的含量为横坐标，绘制标准曲线。

组分[五氯酚]： 曲线方程： $C_i = 0.00017184 \cdot A_i$
 校正因子： $f_0=0, f_1=0.00017184$ 相关系数： $r^2 = 0.99995$



4.4.4 检出限



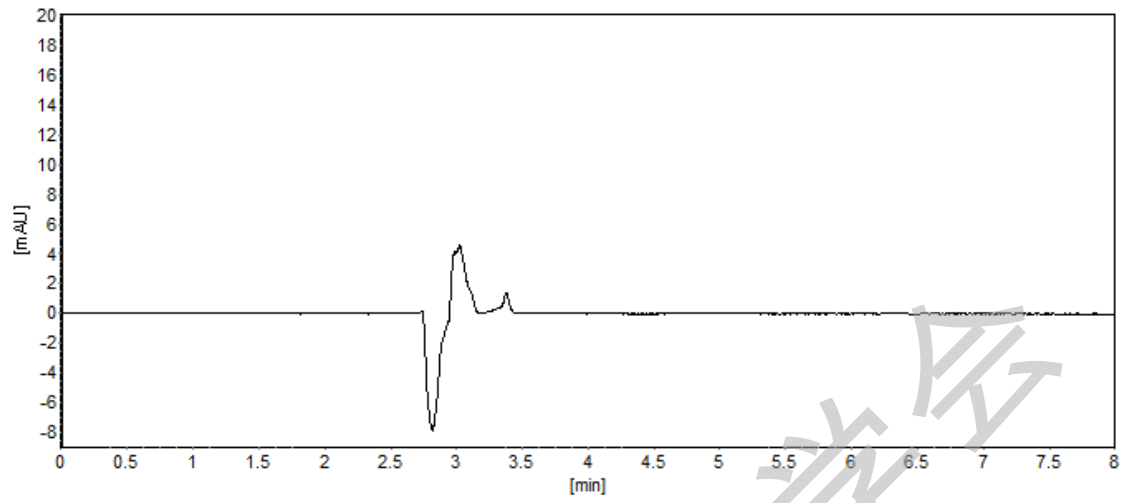
峰序	平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	8/ mg/L	9/ mg/L	10/ mg/L	检出限/ mg/L	定量限 /mg/m ³
1	五氯酚	0.1091	0.1062	0.1041	0.1053	0.0984	0.1059	0.1006	0.1051	0.1030	0.1139	0.0128	0.0385

注：按 10 针标准差法计算得到

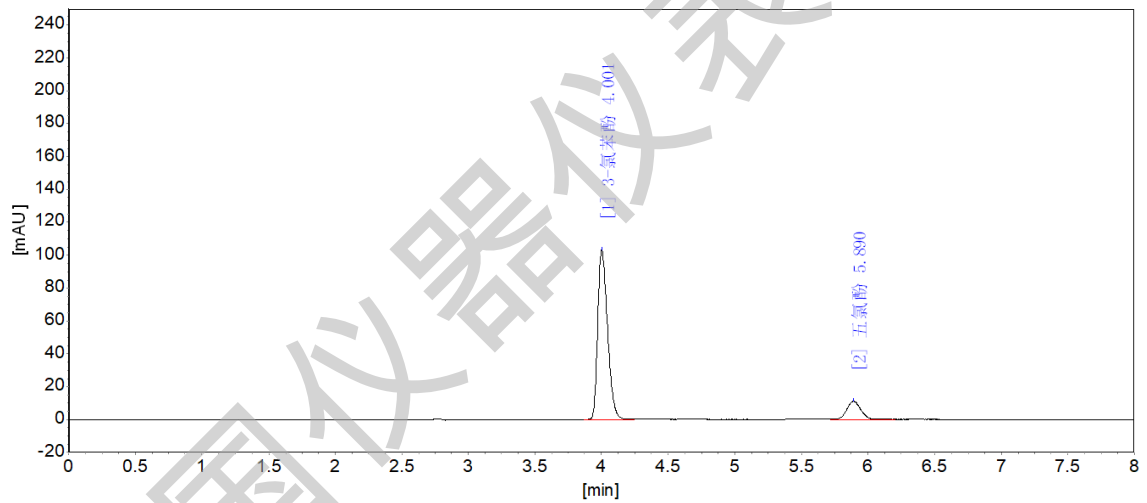
中国仪器仪表

4.4.5 样品典型谱图及结果

4.4.5.1 空白谱图

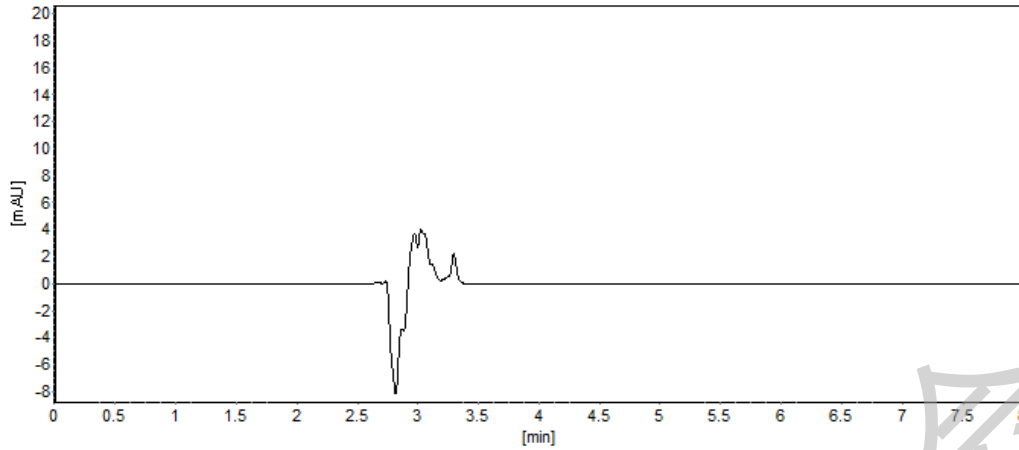


4.4.5.2 杂质分离谱图



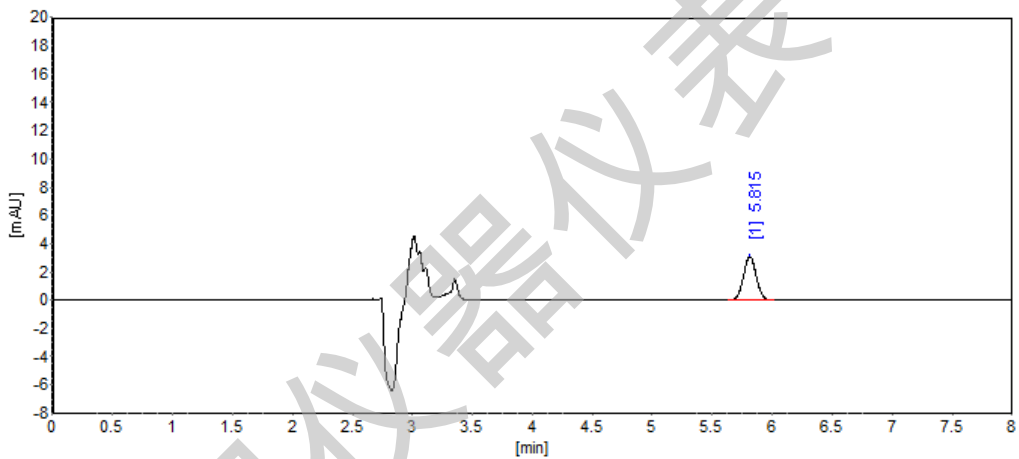
六氯环己烷、石油醚在紫外检测器中不出峰，3-氯苯酚和五氯酚分离良好。

4.4.5.3 样品典型谱图及测定结果



样品中未检出五氯酚。

4.4.6 样品加标典型谱图及回收率



组分名称	样品中五氯酚含量 (mg/m^3)	加标浓度 (mg/L)	测量值 (mg/L)	加标回收率 (%)	平均加标回收率 范围 (%)
五氯酚	未检出	0.50	0.4536	90.72	90.72-95.58
			0.4728	94.56	
			0.4779	95.58	
		4.00	3.6324	90.81	89.06-91.76
			3.6705	91.76	
			3.5626	89.06	
		10.00	9.1597	91.60	89.18-91.60
			8.9899	89.90	

			8.9184	89.18	
--	--	--	--------	-------	--

5 实验结果

方法验证结论：五氯酚的精密度、线性相关系数、检出限、回收率结果汇总如下：

方法验证汇总表

化合物	保留时间 (min)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线性相关系数	检出限 (mg/m ³)	加标回收率范围 (%)
五氯酚	5.842	0.48	0.999	0.0128	89.06~95.58

由以上实验结果可知，采用福立 LC5090 测定工作场所空气有毒物质测定五氯酚和五氯酚钠，方法稳定可靠，目标物线性范围良好，灵敏度较高，有很好的重现性，能够对样品进行准确定性定量。

中国仪器仪表装备网