

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 703-2014

土壤和沉积物 酚类化合物的测定 气相色谱法

Soil and sediment—Determination of phenolic compounds

—Gas chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-09-15 发布

2014-12-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
8 结果计算及表示.....	5
9 精密度和准确度.....	6
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	7
12 注意事项.....	7
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录）目标化合物及参考保留时间.....	10
附录 C（资料性附录）方法精密度和准确度.....	11
附录 D（资料性附录）辅助定性参考色谱图.....	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中酚类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中酚类化合物的气相色谱法。

本标准首次发布。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B~ 附录 D 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：南京市环境监测中心站。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、常州市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、宁波市环境监测中心站和江苏省理化分析测试中心。

本标准环境保护部 2014 年 09 月 15 日批准。

本标准自 2014 年 12 月 01 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 酚类化合物的测定 气相色谱法

警告：实验中使用的试剂和标准溶液对人体健康有危害，操作过程应在通风柜中进行，按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中酚类化合物的气相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 21 种酚类化合物的测定，其他酚类化合物如果通过验证也可适用于本标准。

当取样量为 10.0 g 时，21 种酚类化合物的方法检出限为 0.02~0.08 mg/kg，测定下限为 0.08~0.32 mg/kg。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分 样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分 沉积物分析

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 方法原理

土壤或沉积物用合适的有机溶剂提取，提取液经酸碱分配净化，酚类化合物进入水相后，将水相调节至酸性，用合适的有机溶剂萃取水相，萃取液经脱水、浓缩、定容后进气相色谱分离，氢火焰检测器测定。以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为二次蒸馏水或通过纯水设备制备的水。

4.1 氢氧化钠 (NaOH)。

4.2 盐酸 (HCl): $\rho = 1.19 \text{ g/ml}$ 。

4.3 无水硫酸钠 (Na_2SO_4): 在 400 °C 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻

玻璃瓶中，于干燥器中保存。

4.4 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

称取 20 g NaOH 固体 (4.1)，用水溶解冷却后定容至 100 ml。

4.5 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 。

量取 125 ml 盐酸 (4.2)，用水稀释至 500 ml。

4.6 二氯甲烷(CH_2Cl_2)：色谱纯。

4.7 乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$)：色谱纯。

4.8 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

4.9 正己烷 (C_6H_{14})：色谱纯。

4.10 二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂：4+1 (V/V)。

4.11 二氯甲烷与正己烷混和溶剂：2+1 (V/V)。

4.12 标准贮备液： $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ 。

可直接购买包括所有相关分析组分的有证标准溶液，也可用纯标准物质制备。包括苯酚，邻-甲酚，对-甲酚，间-甲酚，2,4-二甲酚，2-氯酚，2,4-二氯酚，2,6-二氯酚，4-氯-3-甲酚，2,4,6-三氯酚，2,4,5-三氯酚，2,3,4,6-四氯酚，2,3,4,5-四氯酚，2,3,5,6-四氯酚，五氯酚，2-硝基酚，4-硝基酚，2,4-二硝基酚，2-甲基-4,6-二硝基酚，2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚)，2-环己基-4,6-二硝基酚。

4.13 标准使用液： $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。

用甲醇 (4.8) 稀释标准贮备液 (4.12)，配制成浓度为 100 mg/L 的标准使用液，于 4 °C 冰箱避光保存，密闭可保存 1 个月。

4.14 石英砂 (0.84~0.297 mm，20~50 目)：在 400 °C 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中，于干燥器中保存。

4.15 硅藻土 (0.15~0.038 mm，100~400 目)：在 400 °C 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中，于干燥器中保存。

4.16 氮气 (N_2)：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.17 氢气 (H_2)：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.18 与索氏提取装置配套的纸质套筒：使用前应检查酚类化合物的残留量，避免干扰。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具分流/不分流进样口，带氢火焰检测器 (FID)。

5.2 色谱柱：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm ，100%甲基聚硅氧烷毛细管柱；或 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm ，50%苯基 50%甲基聚硅氧烷毛细管柱，或其它等效毛细管柱。

5.3 提取设备：索氏提取装置，也可选用探针式超声波提取仪、加压流体萃取装置或微波

提取装置。

- 5.4 分液漏斗：带聚四氟乙烯（PTFE）塞子。
- 5.5 浓缩装置：旋转蒸发装置或 K-D 浓缩仪、氮吹浓缩仪等性能相当的设备。
- 5.6 研钵：由玻璃、玛瑙或其他无干扰物的材质制成。
- 5.7 微量注射器：10 μl 、25 μl 、100 μl 、250 μl 、500 μl 和 1000 μl 。
- 5.8 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集。按照 GB 17378.3 和 GB 17378.5 的相关规定进行沉积物样品的采集。

样品采集后密闭储存于棕色玻璃瓶中，应尽快分析。若不能及时分析，应冷藏避光保存，保存期为 10 d。注意避免有机物干扰。样品提取液避光冷藏保存，保存期 40 d。

6.2 试样的制备

6.2.1 脱水

去除样品中的异物（石子、叶片等），称取约 10 g（精确到 0.01 g）样品双份，土壤样品一份按照 HJ 613 测定干物质含量，另一份加入适量无水硫酸钠（4.3），研磨均化成流砂状，如使用加压流体萃取，则用硅藻土（4.15）脱水。沉积物样品一份按照 GB 17378.5 测定含水率，另一份参照土壤样品脱水。

6.2.2 提取

可选择索氏提取、加压流体萃取、超声波提取或微波提取等任意一种方式进行目标物的提取。

6.2.2.1 索氏提取

将 6.2.1 得到的试样全部转移至纸质套筒（4.18）中，加入 100 ml 二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），提取 16~18 h，回流速率控制在 10 次/h 左右，冷却后收集所有提取液备净化用。

6.2.2.2 加压流体萃取

根据 6.2.1 得到的试样体积选择合适的萃取池，装入样品，以二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11）为萃取溶剂，按以下参考条件进行萃取：萃取温度 100 $^{\circ}\text{C}$ ，萃取压力 1500 psi，

静态萃取时间 5 min，淋洗体积为 60%池体积，氮气吹扫时间 60 s，萃取循环次数 2 次。也可参照仪器生产商说明书设定条件。收集提取液，待净化。

6.2.2.3 超声波提取

根据 6.2.1 得到的试样体积选择合适的锥形瓶，加入适量二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），使得液面至少高出固体 2 cm，将超声探头置于液面下，超声提取 3 次，每次 3 min，控制提取时温度不超过 40 °C（可将锥形瓶放在冰水浴中），合并提取液，待净化。

6.2.2.4 微波提取

将 6.2.1 得到的试样转移至微波提取专用容器中，加入适量二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），液面高度须没过试样且低于容器深度的 2/3（样品过多可分多份单独提取，最后合并提取液）。微波提取参考条件：功率 800 W，5 min 内升温至 75 °C，保持 10 min。待提取液冷却后过滤，用适量混合溶剂（4.11）洗涤容器内壁及试样，收集提取液，待净化。

6.2.3 净化

将 6.2.2 得到的提取液转入分液漏斗（5.4）中，加入 2 倍于提取液体积的水，用 NaOH 溶液（4.4）调节至 pH>12，充分振荡、静置，弃去下层有机相，保留水相部分。

注：若有机相颜色较深，可将净化次数适当增加至 2~3 次。

6.3 萃取和浓缩

将 6.2.3 得到的水相部分用盐酸溶液（4.5）调节 pH<2，加入 50 ml 二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10），充分振荡、静置，弃去水相，有机相经过装有适量无水硫酸钠（4.3）的漏斗除水，用二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10）充分淋洗硫酸钠，合并全部有机相，浓缩定容至 1.0 ml，待测。

7 分析步骤

7.1 气相色谱参考条件

进样口温度：260 °C；进样方式：分流或不分流；进样体积：1.0 μl。柱箱升温程序：80 °C 保持 1.0 min，以 10 °C/min 的升温速率升至 250 °C 并保持 4.0 min；FID 检测器温度：280 °C。色谱柱内载气流量：1.0 ml/min；尾吹气：氮气，流量：30 ml/min；氢气流量：35 ml/min；空气流量：300 ml/min。

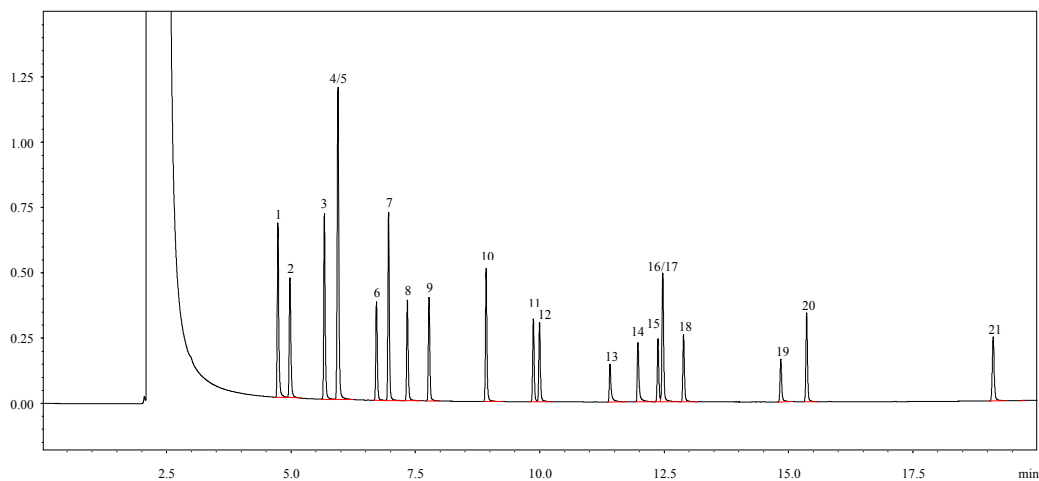
7.2 校准

精确移取标准贮备液（4.12）5.0μl、25.0μl、100μl、250μl 和 500μl 于 5 ml 容量瓶中，用二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10）稀释至标线，配制校准系列，目标化合物浓度分别为 1.00 mg/L、5.00 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100 mg/L。在推荐仪器条件（7.1）下进

行测定，以各组分的质量浓度为横坐标，以该组分色谱峰面积（或峰高）为纵坐标绘制校准曲线。

7.3 参考色谱图

按照气相色谱参考条件（7.1）分析，21种酚类化合物在100%甲基聚硅氧烷（非极性）色谱柱上的参考色谱图见图1。



出峰顺序：1—苯酚、2—2-氯酚、3—邻-甲酚、4/5—对/间-甲酚、6—2-硝基酚、7—2,4-二甲酚、8—2,4-二氯酚、9—2,6-二氯酚、10—4-氯-3-甲酚、11—2,4,6-三氯酚、12—2,4,5-三氯酚、13—2,4-二硝基酚、14—4-硝基酚、15—2,3,4,6-四氯酚、16/17—2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚、18—2-甲基-4,6-二硝基酚、19—五氯酚、20—2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚)、21—2-环己基-4,6-二硝基酚

图1 21种酚类化合物参考色谱图

7.4 测定

将制备好的试样（6.3）按照气相色谱参考条件（7.1）进行测定。

7.5 空白试验

称取10.0g石英砂（4.14），按照6.2~6.3步骤制备试样，按照气相色谱参考条件（7.1）测定。

8 结果计算及表示

8.1 目标化合物定性

样品分析前，应建立保留时间窗口 $t \pm 3S$ 。 t 为初次校准时各浓度标准物质保留时间的平均值， S 为初次校准时各标准物质保留时间的标准偏差。当样品分析时，目标化合物保留时间应在保留时间窗口内。目标化合物在分析色谱柱（非极性）上的保留时间参见附录B。

8.2 结果计算

目标化合物用外标法定量，土壤中酚类化合物的含量（mg/kg）按公式（1）进行计算，

沉积物中酚类化合物的含量 (mg/kg)按公式 (2) 进行计算。

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times w_{dm}} \quad (1)$$

式中: ω_i ——样品中目标化合物的含量, mg/kg;

ρ_i ——由校准曲线计算所得目标化合物的质量浓度, mg/L;

V ——试样定容体积, ml;

m ——土壤试样质量 (湿重), g;

w_{dm} ——土壤试样干物质含量, %。

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V}{m(1-w)} \quad (2)$$

式中: ω_i ——样品中目标化合物的含量, mg/kg;

ρ_i ——由校准曲线计算所得目标化合物的质量浓度, mg/L;

V ——试样定容体积, ml;

m ——沉积物试样质量 (湿重), g;

w ——沉积物试样含水率, %。

8.3 结果表示

8.3.1 当结果大于等于 1.00 mg/kg 时, 结果保留三位有效数字; 小于 1.00 mg/kg 时, 结果保留至小数点后两位。

8.3.2 间-甲酚和对-甲酚、2,3,4,5-四氯酚和 2,3,5,6-四氯酚为难分离物质对, 测定结果为难分离物质对两者之和。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室对目标化合物浓度约为 0.05 mg/kg、0.65 mg/kg~3.63 mg/kg 和 2.58 mg/kg~6.46 mg/kg 的统一样品进行测定, 实验室内相对标准偏差为 3.8%~40.7%、1.6%~24.4%和 2.1%~20.4%; 实验室间相对标准偏差为 8.9%~30.7%、13.3%~56.0%和 22.2%~41.6%; 重现性限范围为: 0.01 mg/kg~0.05 mg/kg、0.14 mg/kg~1.03mg/kg 和 0.48 mg/kg~1.40 mg/kg; 再现性限范围为: 0.02 mg/kg~0.08 mg/kg, 0.42 mg/kg~5.72 mg/kg 和 1.81 mg/kg~

7.58 mg/kg。

9.2 准确度

六家实验室对实际沉积物样品进行两种不同浓度基体加标样测定，基体加标量为 1.00 mg/kg 和 4.00 mg/kg，目标化合物的加标回收率范围为：59.1%~89.2%和 61.8%~95.9%。

具体的方法精密度和准确度数据参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 校准曲线

用线性拟合曲线进行校准，其相关系数应大于等于 0.995，否则需重新绘制校准曲线。

10.2 校准核查

每次分析样品前应选择校准曲线中间浓度进行校准曲线核查，其测定结果相对偏差应 ≤30%，否则应重新绘制校准曲线。

10.3 空白

每批样品应同时进行一次空白试验。空白结果中目标化合物浓度应小于方法检出限。

10.4 平行样测定

每批样品（最多 20 个样品）应至少进行 1 次平行测定，平行双样测定结果相对偏差应在 30%以内。

10.5 实际样品加标和加标平行

每一批样品（最多 20 个样品）应至少分析 1 个实际样品加标和一个加标平行。实际样品加标回收率应在 50%~140%之间，加标平行样的测定结果相对偏差应在 30%以内。

若加标回收率达不到要求，而加标平行符合要求，说明样品存在基体效应，在结果中注明。

11 废物处理

实验产生含有机试剂的废物应集中保管，送具有资质的单位集中处理。

12 注意事项

12.1 校准曲线范围

校准曲线浓度范围可根据实际样品浓度作适当调整。低浓度曲线可用标准使用液（4.13）配制。

12.2 实际样品

对于样品中超过校准曲线上限的目标化合物，可进行稀释或减少取样量重新分析。

含酚类化合物浓度较高的样品会对仪器产生记忆效应，随后应分析一个或多个空白样品，直至空白试验结果满足质控要求后才能分析下一个样品。

必要时可用 $30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ ，50%苯基 50%甲基聚硅氧烷（中等极性）毛细管柱做辅助定性确认，也可用质谱做进一步确认。辅助定性色谱柱的色谱参考条件见 7.1，色谱图参见附录 D。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

表 A 方法检出限和测定下限

序号	组分名称	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	苯酚	0.04	0.16
2	2-氯酚	0.04	0.16
3	邻-甲酚	0.02	0.08
4/5	对/间-甲酚	0.02	0.08
6	2-硝基酚	0.02	0.08
7	2,4-二甲酚	0.02	0.08
8	2,4-二氯酚	0.03	0.12
9	2,6-二氯酚	0.03	0.12
10	4-氯-3-甲酚	0.02	0.08
11	2,4,6-三氯酚	0.03	0.12
12	2,4,5-三氯酚	0.03	0.12
13	2,4-二硝基酚	0.08	0.32
14	4-硝基酚	0.04	0.16
15	2,3,4,6-四氯酚	0.02	0.08
16/17	2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚	0.03	0.12
18	2-甲基-4,6-二硝基酚	0.03	0.12
19	五氯酚	0.07	0.28
20	2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚 (地乐酚)	0.02	0.08
21	2-环己基-4,6-二硝基酚	0.02	0.08

附录 B

(资料性附录)

目标化合物及参考保留时间

表 B 酚类化合物在非极性色谱柱上的参考保留时间

序号	组分名称	英文名称	保留时间* (min)
1	苯酚	Phenol	4.76
2	2-氯酚	2-Chlorophenol	5.05
3	邻-甲酚	2-Methylphenol	5.70
4/5	对/间-甲酚	4-Methylphenol/3-Methylphenol	6.05
6	2-硝基酚	2-Nitrophenol	6.80
7	2,4-二甲酚	2,4-Dimethylphenol	6.99
8	2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	7.38
9	2,6-二氯酚	2,6-Dichlorophenol	7.82
10	4-氯-3-甲酚	4-Chloro-3-methylphenol	8.89
11	2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	9.89
12	2,4,5-三氯酚	2,4,5-Trichlorophenol	9.98
13	2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	11.43
14	4-硝基酚	4-Nitrophenol	11.82
15	2,3,4,6-四氯酚	2,3,4,6-Tetrachlorophenol	12.05
16/17	2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚	2,3,4,5-Tetrachlorophenol/2,3,5,6-Tetra	12.52
18	2-甲基-4,6-二硝基酚	2-Methyl-4,6-dinitrophenol	13.03
19	五氯酚	Pentachlorophenol	14.95
20	2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚 (地乐酚)	2-sec-butyl-4,6-dinitrophenol	15.49
21	2-环己基-4,6-二硝基酚	2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol	19.18

*注：表中保留时间为按照 7.1 推荐条件下获得。

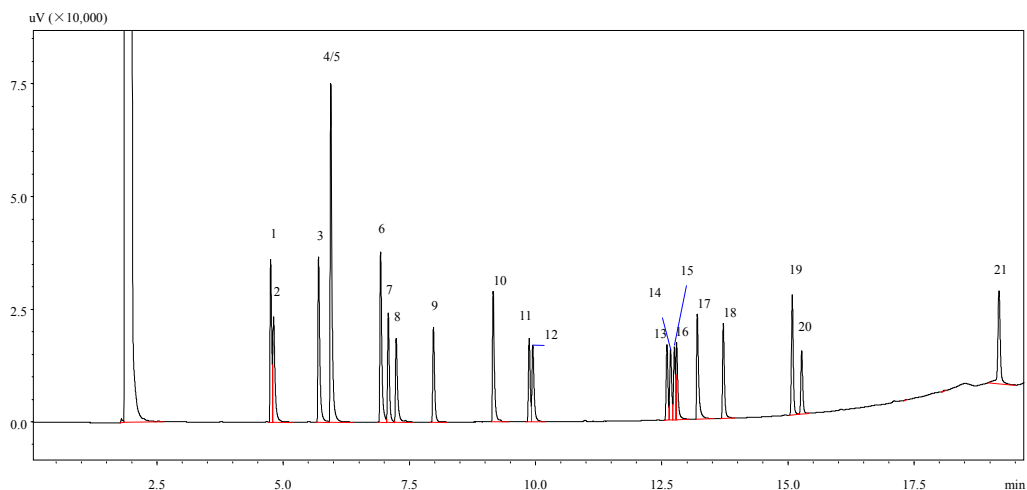
附录 C
(资料性附录)
方法精密度和准确度

表 C 方法精密度和准确度

化合物名称	加标水平 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性 限 r (mg/kg)	再现性 限 R (mg/kg)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
苯酚	1.00	0.84	3.5~24.4	27.4	0.21	0.67	80.9±21.7
	4.00	3.04	2.0~19.0	27.9	0.48	2.42	72.1±18.1
2-氯酚	1.00	0.84	2.2~20.6	26.7	0.18	0.65	80.3±19.4
	4.00	3.61	2.1~15.3	31.2	0.55	3.19	87.1±32.3
邻-甲酚	1.00	0.82	2.0~9.4	31.8	0.14	0.74	78.6±30.2
	4.00	3.52	3.8~17.5	36.7	0.56	3.65	86.7±45.6
对/间-甲酚	2.00	1.77	1.8~13.5	35.7	0.32	1.79	82.0±44.6
	8.00	7.25	2.1~11.9	33.7	0.93	6.90	86.2±38.1
2-硝基酚	1.00	0.95	2.9~17.1	33.7	0.16	0.91	89.2±32.9
	4.00	3.94	2.1~19.0	36.1	0.67	4.03	95.9±47.2
2,4-二甲酚	1.00	0.74	1.8~21.4	31.8	0.13	0.67	72.8±25.9
	4.00	3.32	3.7~20.4	31.7	0.56	2.99	81.0±29.1
2,4-二氯酚	1.00	0.83	4.2~15.1	28.7	0.19	0.69	79.6±24.1
	4.00	3.62	4.4~15.7	30.9	0.62	3.19	87.2±29.3
2,6-二氯酚	1.00	0.84	2.3~18.1	30.5	0.21	0.75	80.2±28.1
	4.00	3.50	3.2~10.4	31.5	0.58	3.13	83.6±30.4
4-氯-3-甲酚	1.00	0.86	2.4~13.8	33.2	0.14	0.81	83.3±34.3
	4.00	3.48	3.6~9.8	32.4	0.57	3.20	83.4±32.2
2,4,6-三氯酚	1.00	0.88	1.6~12.6	26.8	0.16	0.67	83.7±21.0
	4.00	3.66	4.2~12.7	29.8	0.58	3.10	87.4±26.8
2,4,5-三氯酚	1.00	1.04	1.7~9.1	23.0	0.16	0.68	77.9±31.7
	4.00	4.00	4.1~11.1	29.0	0.62	3.30	91.2±32.6
2,4-二硝基酚	1.00	0.65	6.1~21.5	17.1	0.30	0.42	60.4±12.2
	4.00	2.58	2.5~18.4	23.5	0.70	1.81	61.8±9.38
4-硝基酚	1.00	0.70	4.7~18.7	20.7	0.23	0.46	59.1±18.9
	4.00	3.80	5.8~13.7	32.1	0.90	3.52	88.9±37.4
2,3,4,5-四氯酚	1.00	0.94	2.0~19.7	13.3	0.28	0.43	78.4±18.8
	4.00	3.69	4.0~14.0	22.2	0.70	2.38	84.9±30.1
2,3,4,6-四氯酚 /2,3,5,6-四氯酚	2.00	1.68	4.9~16.5	26.4	0.42	1.30	79.4±20.1
	8.00	7.26	4.1~13.8	31.7	1.40	6.56	84.7±27.0
2-甲基-4,6-二硝基酚	1.00	0.90	3.7~16.9	25.0	0.19	0.65	81.2±38.8
	4.00	3.61	3.7~10.2	29.5	0.73	3.05	83.9±34.4
五氯酚	1.00	3.63	2.9~11.8	56.0	0.70	5.72	81.0±29.7
	4.00	6.46	3.6~16.4	41.6	1.03	7.58	85.6±31.6
2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二 硝基酚(地乐酚)	1.00	0.92	2.3~11.2	25.5	0.15	0.67	85.7±27.1
	4.00	3.80	4.5~12.4	30.3	0.72	3.29	90.3±32.1
2-环己基-4,6-二硝基酚	1.00	0.89	2.7~15.6	31.2	0.15	0.79	84.7±30.7
	4.00	3.77	3.6~14.5	29.1	0.95	3.19	89.7±24.7

附录 D
(资料性附录)
辅助定性参考色谱图

按照气相色谱参考条件 (7.1), 使用 50%苯基 50%甲基聚硅氧烷 (中等极性) 毛细管柱分离 21 种酚类化合物的参考色谱图如下图。



出峰顺序及保留时间: 1—苯酚 (4.75min)、 2—2-氯酚 (4.81min); 3—邻-甲酚 (5.7min)、 4/5—对/间-甲酚 (5.94min)、 6—2,4-二甲酚 (7.08min)、 7—2-硝基酚 (6.93min)、 8—2,4-二氯酚 (7.24min)、 9—2,6-二氯酚 (7.98min)、 10—4-氯-3-甲酚 (9.16min)、 11—2,4,6-三氯酚 (9.88min)、 12— 2,4,5-三氯酚 (9.95min)、 13—2,3,4,6-四氯酚 (12.8min)、 14— 2,3,4,5-四氯酚 (13.2min)、 15— 2,3,5,6-四氯酚 (12.60min)、 16—2,4-二硝基酚 (12.68min)、 17—4-硝基酚 (12.75min)、 18—2-甲基-4,6-二硝基酚 (13.72min)、 19—2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚) (15.27min)、 20—五氯酚 (15.08min)、 21—2-环己基-4,6 二硝基酚 (19.26min)

图 D. 1 21 种酚类化合物参考色谱图 (辅助定性)