

正交实验优化BSTFA衍生-气相色谱法快速测定水中4种氯酚化合物

张权, 李磊, 林野, 周贻兵, 刘利亚, 刘文政

摘要:

[目的] 优化N, O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺(BSTFA)衍生-气相色谱法, 快速测定水中4种氯酚类化合物。

[方法] 比较不同比例的提取溶剂(环己烷:乙酸乙酯)对水中4种氯酚化合物(2-氯酚、2, 4-二氯酚、2, 4, 6-三氯酚、五氯酚)及内标(2, 4-二溴酚)的提取效果。利用正交实验确定BSTFA衍生化的最佳条件(衍生介质、衍生化试剂用量、衍生温度、衍生时间), 采用气相色谱法-电子捕获检测器检测, 内标法定量, 快速测定水中4种氯酚类化合物, 以验证方法的适用性。

[结果] 以体积比为4:1的环己烷与乙酸乙酯为提取溶剂时的提取效果较好。正交实验结果显示, 以体积比为4:1的环己烷与乙酸乙酯为衍生介质、BSTFA衍生化试剂用量为140 μ L、衍生温度为80 $^{\circ}$ C、衍生时间为30 min时, 4种酚类化合物衍生效果最佳; 方法学验证结果显示, 4种氯酚化合物在相应浓度范围内的线性关系良好($R^2 > 0.997$), 检出限为0.01 μ g/L(2, 4, 6-三氯酚)~0.8 μ g/L(2-氯酚), 定量限为0.05 μ g/L(2, 4, 6-三氯酚)~3.0 μ g/L(2-氯酚); 不同浓度水平的加标回收率为85.2%~101.2%, 相对标准偏差为0.65%~3.21%。100份生活饮用水样的检测结果显示, 优化后的方法与国标检测方法的相对标准偏差为1.4%~3.7%。

[结论] 该方法操作简单, 定量准确, 所用衍生试剂无毒, 可应用于实际水样的快速检测。

关键词: 氯酚类化合物; N, O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺; 正交实验; 气相色谱法; 衍生化

引用: 张权, 李磊, 林野等. 正交实验优化BSTFA衍生-气相色谱法快速测定水中4种氯酚化合物[J]. 环境与职业医学, 2017, 34(9): 831-835. DOI: 10.13213/j.cnki.jeom.2017.17238

Rapid determination of four chlorophenols in water by orthogonal experiment optimization-BSTFA derivatization-gas chromatography ZHANG Quan, LI Lei, LIN Ye, ZHOU Yi-bing, LIU Li-ya, LIU Wen-zheng (Institute of Health Monitoring and Inspection, Guizhou Centers for Disease Control and Prevention, Guiyang, Guizhou 550004, China). Address correspondence to LIN Ye, E-mail: doubletree1985@163.com
• The authors declare they have no actual or potential competing financial interests.

Abstract:

[Objective] To optimize N,O-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (BSTFA) derivatization-gas chromatography for rapid determination of four kinds of chlorophenols.

[Methods] Mixtures of solvents (hexamethylene:ethyl acetate) at different ratios were compared for the extraction effects of four chlorophenols (2-chlorophenol, 2,4-dichlorophenol, 2,4,6-trichlorophenol, and pentachlorophenol) and one internal standard (2,4-dibromophenol). The best conditions of BSTFA derivatization were confirmed by orthogonal experiment, including derivation medium, derivatization reagent dosage, derivative temperature, and derivative time. Then gas chromatography with electron capture detector and internal standard was applied to rapidly determine four kinds of chlorophenols in water to verify the applicability of the established method.

[Results] Using hexamethylene:ethyl acetate (v/v, 4:1) as extraction solvent showed the best extraction effect. According to the results of orthogonal experiment, the best derivative conditions for the selected four chlorophenols included using cyclohexane:acetic

• 作者声明本文无实际或潜在的利益冲突。

[基金项目] 贵州省疾病预防控制中心青年项目(编号: 2015-E2-2青)

[作者简介] 张权(1988—), 男, 硕士, 技师; 研究方向: 色谱分离与分析技术; E-mail: CDC_zhangquan@126.com

[通信作者] 林野, E-mail: doubletree1985@163.com

[作者单位] 贵州省疾病预防控制中心卫生监测检验所理化科, 贵州 贵阳 550004

ether (4:1) as derivation medium, BSTFA derivatization reagent volume at 140 μL , derivative temperature at 80 $^{\circ}\text{C}$, and derivative time for 30 min. The methodology validation results showed that the linear relationships of the four chlorophenols were good with $R^2 > 0.997$ in corresponding concentration ranges, the detection limits were from 0.01 $\mu\text{g/L}$ (2,4,6-trichlorophenol) to 0.8 $\mu\text{g/L}$ (2-chlorophenol), and the quantitative limits were from 0.05 $\mu\text{g/L}$ (2,4,6-trichlorophenol) to 3.0 $\mu\text{g/L}$ (2-chlorophenol). The addition standard recoveries were in the range of 85.2%-101.2%, and the relative standard deviations were between 0.65% and 3.21% ($n=5$). After applying to 100 drinking water samples, the relative standard deviations for the optimized method versus national standard testing method were 1.4%-3.7%.

[Conclusion] The optimized method is advantaged in simple operation, accurate quantification, and nontoxic derivatization reagent; therefore, it is suitable for rapid detection for water samples.

Keywords: chlorophenol; N,O-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide; orthogonal experiment; gas chromatography; derivatization

Citation: ZHANG Quan, LI Lei, LIN Ye, et al. Rapid determination of four chlorophenols in water by orthogonal experiment optimization-BSTFA[J]. Journal of Environmental and Occupational Medicine, 2017, 34(9): 831-835. DOI: 10.13213/j.cnki.jeom.2017.17238

饮水安全问题与居民生活息息相关。由于酚类化合物具有致癌、致畸、致突变的潜在毒性,不经处理排入环境会危害水生生物,严重影响人体健康^[1-3]。环境中的酚类化合物污染主要指酚类化合物对水体的污染;因此,能够准确测定环境中酚类化合物的浓度,是预防、控制和治理酚类化合物污染的基础和前提^[4]。

目前用于酚类化合物测定的前处理方法主要包括液液萃取法^[5]、固相萃取法^[6]和固相微萃取法^[7]等。其中固相微萃取法在基层单位的应用存在局限性;固相萃取法操作烦琐,由于酚类物质极性较强,水样经有机溶液萃取后没有经过衍生化反应直接浓缩进样,利用电子捕获检测器(electron capture detector, ECD)或氢火焰离子化检测器检测,各目标物峰拖尾严重,仪器响应值较低。采用衍生化技术后可改善峰型,提高热稳定性,增强灵敏度,提高萃取回收率。所以选择合适的衍生试剂就显得尤为重要,采用HJ 744—2015《水质 酚类化合物的测定气相色谱-质谱法》及GB/T 5750.10—2006《生活饮用水标准检验方法 消毒副产生指标》检测酚类化合物时,分别需要五氟苄基溴、乙酸酐与吡啶(体积比为1:1)这两种衍生试剂,其中五氟苄基溴属催泪物质,对眼睛有催泪效果和强烈的腐蚀性^[8],乙酸酐属于易制毒化学品,吡啶具有刺激性气味^[9],检测人员如果对此类衍生试剂操作不当会造成健康损害。而N,O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺[N,O-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide, BSTFA]衍生化试剂凭借选择性高、反应速度快、无毒等优点在食品、环境领域应用广泛^[10]。本研究在单因素实验结果的基础上,利用正交实验来系统地考察BSTFA衍生化反应时的最佳条件,结合实验室常用的气相色谱仪(配ECD检测器)建立快速测定水中4种

氯酚类化合物的方法,并使用该方法对实际水样进行验证分析。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Bruker 456-GC(配ECD检测器, Bruker SHS-40自动顶空进样器)(Bruker, 德国), 200~1 000 μL 移液枪(Eppendorf, 德国), HW S28型电热恒温水浴锅(上海一恒科学仪器有限公司, 中国)。

环己烷、甲醇、丙酮(色谱级, Merck, 德国), 乙酸乙酯(色谱纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司, 中国), 实验用水为超纯水(经Milli-Q超纯水机制备), 2-氯酚、2,4-二氯酚(99.5%, DR.Ehrensorfer, 德国), 2,4,6-三氯酚(98.0%, 02si smart solution, 美国), 五氯酚(99.0%, 北京振翔科技有限公司, 中国), 2,4-二溴酚(97.7%, DR.Ehrensorfer, 德国), BSTFA(99.0%, 北京百灵威科技有限公司, 中国)

1.2 内标样品的前处理

取50 mL水样置于比色管中,加入20 μL 内标2,4-二溴酚(4.25 $\mu\text{g/mL}$),调节pH<2,加入4 mL萃取剂(环己烷与乙酸乙酯的体积比为4:1),盖上试管塞震荡萃取1 min后静止分层,取出2.0 mL有机相至试管中浓缩至1.0 mL,加入140 μL BSTFA,盖上试管塞于80 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中放置30 min进行硅烷化衍生反应,冷却后静止5 min后上机检测。

1.3 标准溶液的配制

分别准确吸取不同标准溶液于10 mL容量瓶中,分别用甲醇稀释至刻度,作为单组分标准储备液(2-氯酚296 $\mu\text{g/mL}$, 2,4-二氯酚218 $\mu\text{g/mL}$, 2,4,6-三氯酚25 $\mu\text{g/mL}$, 五氯酚10 $\mu\text{g/mL}$, 0~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存)。再分

别吸取1 mL单组分标准储备液加入到10 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度配制成混合标准储备液。分别在超纯水中加入不同体积的混合标准储备液,最后定容至50 mL,制备标准曲线(其中最高浓度点为2-氯酚592.0 $\mu\text{g/L}$; 2,4-二氯酚436 $\mu\text{g/L}$; 2,4,6-三氯酚50 $\mu\text{g/L}$; 五氯酚20 $\mu\text{g/L}$),按照“1.2 内标样品的前处理”与内标样品一起进行萃取、衍生、上机。用丙酮配制后的内标2,4-二溴酚质量浓度为4.25 $\mu\text{g/mL}$ 。

1.3 仪器分析条件

1.3.1 色谱条件 色谱柱: HP-5 石英毛细管柱(30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μm); 程序升温程序: 起始温度80 $^{\circ}\text{C}$,以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至240 $^{\circ}\text{C}$; 载气: 氮气,纯度>99.999%; 恒流模式,流量为1.2 mL/min,进样口温度250 $^{\circ}\text{C}$,ECD检测器温度300 $^{\circ}\text{C}$; 进样方式: 分流进样,分流比为5:1,进样量为1 μL 。最终结果以目标物的保留时间进行定性分析,以峰面积进行定量分析。

1.3.2 提取溶剂比例的优化 水中氯酚类化合物的提取多数是利用环己烷与乙酸乙酯的混合溶剂进行提取^[11],所以提取溶剂的比例对提取效率有较大影响,本研究通过在超纯水中加入1 mL标准溶液(此时质量浓度为2-氯酚118.4 $\mu\text{g/L}$; 2,4-二氯酚87.2 $\mu\text{g/L}$; 2,4,6-三氯酚10 $\mu\text{g/L}$; 五氯酚4 $\mu\text{g/L}$),考察提取溶剂用量为4 mL时,不同比例的提取溶剂(环己烷:乙酸乙酯)对水中氯酚提取的影响,为排除衍生介质对考察提取效率时的干扰,衍生反应前都置换成相同的衍生介质(即取提取液2 mL时,经氮吹后以体积比为4:1的环己烷与乙酸乙酯定容至1 mL),以5种目标物的峰面积之和为考察指标。

1.3.3 正交实验设计优化氯酚类化合物衍生化条件 水中氯酚类物质的定量分析结果准确与否,关键在于其衍生化的完全程度和样品前处理的准确性^[12]。本研究通过在超纯水中加入1 mL标准溶液(此时质量浓度为2-氯酚118.4 $\mu\text{g/L}$; 2,4-二氯酚87.2 $\mu\text{g/L}$; 2,4,6-三氯酚10 $\mu\text{g/L}$; 五氯酚4 $\mu\text{g/L}$),选择BSTFA衍生试剂用量、衍生温度、衍生时间和衍生介质为主要影响因素,其中考察衍生介质时,浓缩至近干后分别用其介质定容,最终以4种氯酚类化合物的峰面积之和为指标,按照 $L_{16}(4^5)$ 正交实验设计优化氯酚类化合物衍生化条件。另外,在上述确定的最优衍生化条件下,分别衍生化后产物在4 $^{\circ}\text{C}$ 下保存,分别于0、6、16、24、36 h后取出进行上机检测,探究衍生物其稳定性。

1.4 方法学验证

1.4.1 方法的检出限、定量限及线性范围 将配制的4种不同的质量浓度的酚类混合标准溶液系列,按“1.3.1 色谱条件”,以氯酚类目标物的浓度为横坐标,以氯酚类化合物的峰面积与内标物2,4-二溴酚的峰面积的比值为纵坐标,进行线性回归分析。

1.4.2 方法的加标回收率和精密度 利用空白样品进行加标回收率和精密度测定,即在超纯水中分别添加低、中、高3个浓度混合标准溶液,分别按照“1.2 内标样品的前处理”操作进行衍生后上机,每个浓度平行测定5次。

1.4.3 实标样品的测定 在日常送检的100份生活饮用水水样中,分别利用本方法测定并与国标方法比对。

2 结果

2.1 氯酚化合物及内标的色谱图

氯酚类化合物经衍生后峰型尖锐,检测灵敏度有较大提高。柱温80 $^{\circ}\text{C}$,以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至240 $^{\circ}\text{C}$,在15 min内可以实现对4种氯酚目标物的较好分离,标准品(质量浓度: 2-氯酚592.0 $\mu\text{g/L}$, 2,4-二氯酚436 $\mu\text{g/L}$, 2,4,6-三氯酚50 $\mu\text{g/L}$, 五氯酚20 $\mu\text{g/L}$)及内标的色谱图具体如图1所示。

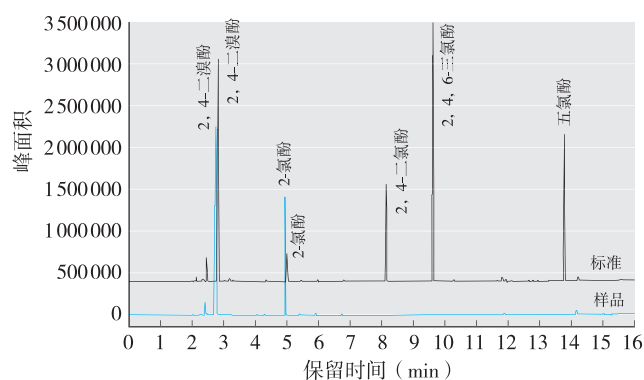


图1 4种氯酚标准溶液及样品的色谱图

2.2 提取溶剂比例的选择

结果表明: 当环己烷与乙酸乙酯体积比为4:1时,提取溶剂效果较好,5种目标物的峰面积之和较大(表1),所以实验中确定以4 mL该比例的环己烷与乙酸乙酯溶液为提取溶剂。见表1。

2.3 酚类衍生化条件的优化

氯酚类化合物衍生化条件的正交实验因素及分析结果分别如表2、表3所示。

表1 不同比例提取溶剂(环己烷:乙酸乙酯)对目标物的提取效果

目标物	1:1	2:1	4:1	6:1	8:1
2,4-二溴酚(内标)	88035.3	69965.7	95431.2	62411.1	71482.3
2-氯酚	4239.0	1680.2	4497.8	1291.5	1669.0
2,4-二氯酚	6992.9	3625.5	7259.8	3108.2	3317.5
2,4,6-三氯酚	90294.8	59484.3	94913.0	51460.5	56311.8
五氯酚	13530.7	8490.4	15147.4	7437.6	8011.4
峰面积之和	203092.7	143246.1	217249.2	125708.9	140792.0

表2 氯酚类化合物衍生化条件优化的四因素四水平取值表

水平	因素			
	A衍生试剂用量 (μL)	B衍生温度 ($^{\circ}\text{C}$)	C衍生时间 (min)	D衍生介质 (环己烷与乙酸乙酯体积比)
1	80	50	30	2:1
2	100	60	40	4:1
3	120	70	50	6:1
4	140	80	60	8:1

表3 氯酚类化合物衍生化条件的正交实验数据分析结果

项目	A衍生试剂 用量 (μL)	B衍生 温度 ($^{\circ}\text{C}$)	C衍生 时间 (min)	D衍生介质 (环己烷与乙酸 乙酯体积比)	峰面积
试验号					
1	80	50	30	2:1	21692.1
2	80	60	40	4:1	59360.2
3	80	70	50	6:1	34430.2
4	80	80	60	8:1	52505.2
5	100	50	40	6:1	19491.5
6	100	60	30	8:1	17822.8
7	100	70	60	2:1	49701.0
8	100	80	50	4:1	40312.1
9	120	50	50	8:1	21595.9
10	120	60	60	6:1	18854.4
11	120	70	30	4:1	58611.7
12	120	80	40	2:1	22023.2
13	140	50	60	4:1	50610.1
14	140	60	50	2:1	12827.9
15	140	70	40	8:1	26297.4
16	140	80	30	6:1	121735.8
K1	167987.7	75607.4	219862.4	106244.2	
K2	127327.4	146647.5	127172.3	208894.1	
K3	121085.2	169040.3	109166.1	194511.9	
K4	211471.2	236576.3	171670.7	118221.3	

表4 氯酚类目标物的标准曲线、相关系数、检出限

名称	保留时间(min)	线性范围($\mu\text{g/L}$)	标准曲线	决定系数(R^2)	方法检出限($\mu\text{g/L}$)	方法定量限($\mu\text{g/L}$)
2-氯酚	4.92	11.84~592.00	$y=0.0002x+0.0115$	0.9975	0.80	3.00
2,4-二氯酚	8.08	8.72~436.00	$y=0.0009x-0.0063$	0.9991	0.20	0.50
2,4,6-三氯酚	9.54	1.00~50.00	$y=0.0147x-0.0020$	0.9979	0.01	0.05
五氯酚	13.71	0.40~20.00	$y=0.0220x-0.0173$	0.9981	0.03	0.08

表5 氯酚类目标物的加标回收率及相对标准偏差

名称	低浓度组			中浓度组			高浓度组		
	添加量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%, $n=5$)	相对标准偏差 (%, $n=5$)	添加量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%, $n=5$)	相对标准偏差 (%, $n=5$)	添加量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%, $n=5$)	相对标准偏差 (%, $n=5$)
2-氯酚	11.84	92.2	2.35	23.68	96.3	3.24	59.20	96.5	0.88
2,4-二氯酚	8.72	101.2	3.21	17.40	89.6	0.65	43.60	99.4	0.93
2,4,6-三氯酚	1.00	85.2	2.35	2.00	97.3	1.35	5.00	94.3	1.12
五氯酚	0.40	99.3	1.95	0.80	88.4	2.34	2.00	89.2	1.01

续表3

项目	A衍生试剂 用量 (μL)	B衍生 温度 ($^{\circ}\text{C}$)	C衍生 时间 (min)	D衍生介质 (环己烷与乙酸 乙酯体积比)	峰面积
k1	41996.9	18901.9	54965.6	26561.1	
k2	31831.9	36661.9	31793.1	52223.5	
k3	30271.3	42260.1	27291.5	48628.0	
k4	52867.8	59144.1	42917.7	29555.3	
极差	22596.5	40242.2	27674.1	22067.0	

[注] K_n 为某因素在取 n 水平时的质量指标之和, kn 为 K_n 在第 n 水平重复数下的平均值。

结果显示:衍生温度对氯酚类化合物衍生效果影响较大,其次是衍生时间、衍生试剂的用量,而衍生介质对氯酚类化合物衍生效果影响最小。当以体积比为4:1的环己烷与乙酸乙酯为衍生介质,衍生化试剂BSTFA用量为140 μL ,衍生温度为80 $^{\circ}\text{C}$,衍生时间为30 min时氯酚类化合物衍生效果最佳。衍生化后产物在4 $^{\circ}\text{C}$ 下保存,分别于0、6、16、24、36 h后取出进行上机检测,发现16 h后2-氯酚衍生化产物峰面积呈现下降趋势,说明衍生化产物不稳定,对2-氯酚进行衍生化后,需要立即检测以保证数据的可靠性。

2.4 方法学验证结果

2.4.1 方法的检出限、定量限及线性范围 结果显示:各组分化合物的峰面积与内标物2,4-二溴酚的峰面积的比值(y)与质量浓度(x)具有良好的线性关系,线性相关系数(R^2)均大于0.997。以信噪比=3确定本方法的检出限在0.01 $\mu\text{g/L}$ (2,4,6-三氯酚)~0.8 $\mu\text{g/L}$ (2-氯酚)范围内,以信噪比=10确定本方法的定量限在0.05 $\mu\text{g/L}$ (2,4,6-三氯酚)~3.0 $\mu\text{g/L}$ (2-氯酚)范围内,具体结果见表4。

2.4.2 方法的加标回收率和精密度 由表5可见,4种氯酚类目标物的加标回收率范围为85.2%~101.2%,相对标准偏差为0.65%~3.21%。

2.4.3 实际样品的测定 在本优化方案中, 100 份水样中只有 12 份水样中检出 2-氯酚, 都未超出世界卫生组织规定的饮用水中最高允许质量浓度 $10\mu\text{g/L}$, 检出质量浓度在 $4.3\sim 9.1\mu\text{g/L}$, 结果与国标检测方法比对, 相对偏差在 $1.4\%\sim 3.7\%$ 之间, 只有 1 份出厂水中的酚类化合物中五氯酚指标超过国家限值 $9\mu\text{g/L}$, 检出结果为 $16.4\mu\text{g/L}$ ($n=3$), 国标法检测结果为 $15.9\mu\text{g/L}$ ($n=3$)。

3 讨论

本方法选用实验室常用的 DB-5 毛细管色谱柱^[13-14], 可以避免实验室在检测不同项目时频繁更换色谱柱所带来的麻烦, 适用范围更广泛。提取中以体积比为 4:1 的环己烷与乙酸乙酯为提取溶剂效果较好, 5 种目标物的峰面积之和较大, 同时结果表明: 当以体积比为 4:1 的环己烷与乙酸乙酯为衍生介质, 衍生化试剂 BSTFA 用量为 $140\mu\text{L}$, 衍生温度为 80°C , 衍生时间为 30 min 时氯酚类化合物衍生效果最佳。而且提取溶剂与衍生介质相同, 提取后直接浓缩即可, 减少了氮吹及溶剂置换。相关文献中 BSTFA 衍生优化只是从单因素实验考察入手^[15], 考察方法单一, 本研究在单因素实验结果的基础上利用正交实验来系统地考察 BSTFA 衍生化反应时的最佳条件, 结果满足分析的要求。

本研究将硅烷化试剂 BSTFA 应用到水中氯酚类物质检测中, 替代传统国标中的五氟苯基溴, 或醋酸酐与吡啶等对人体有危害的衍生试剂, 并在单因素实验结果的基础上, 利用正交实验对衍生化反应条件进行了系统的优化, 并对衍生化产物的稳定性及提取溶剂进行了考察。本实验建立了 BSTFA 衍生化-气相色谱法快速测定水中 4 种氯酚类化合物的方法, 该方法操作简单, 所用衍生试剂无毒, 方法具有较低的检出限, 重现性好, 能满足实际饮用水样检测的要求。

参考文献

[1] 罗碧容, 万旭, 邓星亮, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定废水中 18 种酚类污染物[J]. 色谱, 2016, 34(5): 473-480.

[2] 宋瀚文, 王东红, 徐雄, 等. 我国 24 个典型饮用水源地中

14 种酚类化合物浓度分布特征[J]. 环境科学学报, 2014, 34(2): 355-362.

[3] 刘玉, 张同来, 杨利, 等. QuEChERS-超高效液相色谱串联质谱法测定土壤中三硝基酚类物质[J]. 分析化学, 2014, 42(8): 1183-1188.

[4] 金铎, 麦锦欢, 彭旭辉, 等. 固相膜萃取/气相色谱-质谱法检测水体中痕量酚类化合物[J]. 分析测试学报, 2015, 34(1): 80-85.

[5] 罗碧容, 钱蜀, 潘乐丹, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定水中 18 种酚类污染物[J]. 分析测试学报, 2016, 35(8): 974-980.

[6] 胡秋芬, 杨光宇, 黄章杰, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定水中酚类物质[J]. 分析化学, 2002, 30(5): 560-563.

[7] 赵汝松, 柳仁民, 崔庆新. 固相微萃取-气相色谱-质谱联用测定水中酚类化合物[J]. 分析化学, 2002, 30(10): 1240-1242.

[8] 水质 酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法: HJ 744—2015 [S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2015.

[9] 生活饮用水标准检验方法 消毒副产物指标: GB/T 5750.10—2006 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.

[10] 罗夏琳, 李攻科, 胡玉斐. 衍生化技术在食品安全色谱分析中的应用[J]. 中国科学: 化学, 2016, 46(3): 243-250.

[11] 钟颖, 于赤灵, 彭平安. 固相萃取-离子色谱/气相色谱-质谱法联合检测油田水中的有机酸和酚类化合物[J]. 色谱, 2010, 28(10): 923-928.

[12] 张莉, 桂建业, 张永涛, 等. 改性聚合物萃取-五氟苯基衍生化-气相色谱-质谱法测定水中酚类化合物[J]. 理化检验-化学分册, 2013, 49(10): 1155-1158.

[13] 陈洁霞, 韦恩泽, 鲜啟鸣. 长江沿岸某化工园区土壤、底泥中酚类化合物的污染现状[J]. 色谱, 2014, 32(8): 843-848.

[14] 刘君, 胥志祥, 黄斌, 等. 环境水体中酚类 EDCs 前处理技术及分析方法研究进展[J]. 分析测试学报, 2015, 34(4): 468-476.

[15] 丁怡然, 黄云, 赵婷婷, 等. 气相色谱-质谱法测定水体中 5 种典型有机紫外防晒剂[J]. 色谱, 2014, 32(6): 629-634.

(收稿日期: 2017-03-24; 录用日期: 2017-07-05)

(英文编辑: 汪源; 编辑: 王晓宇; 校对: 陈姣)