

土壤中酚类的测定—2种气相色谱法数据处理方法的对比

闫珍珍 魏甘雨 葛雯雯
山东鲁环检测科技有限公司

[摘要]文章通过设计试验,分别采用外标法中标准曲线直线法和平均RF%法,精密度实验来研究两种数据处理方法对检测结果是否有影响,结果表明当标准曲线直线法的相关系数在0.995-0.997之间,检测低含量酚类化合物时标准曲线平均RF%法精度更高,提高了我们检测土壤中的酚类化合物准确度。

[关键词]土壤中酚类;外标曲线直线法;外标曲线平均RF%法

[DOI] 10.12252/j.issn.2096-627X.2021.10.2072

前言

酚类化合物是指芳香烃中苯环上的氢原子被羟基取代所生成的化合物,分为挥发性酚类和不挥发性酚。由于酚类化合物特殊的化学结构,其难于挥发,可在土壤和水中长期存在。随着我国经济的快速发展,酚类化合物被广泛的应用于各行各业,酚类化合物主要来源于石油化工、煤化工、药物合成研发等产业,通过大气沉降、地面漫流、垂直入渗或者其他方式进入土壤,进而造成土壤污染。酚类化合物具有毒性,人体长期处于这种环境中会产生会产生头晕、失眠、贫血、皮疹、记忆力减退等。因此我们通过实验研究那种数据处理方式更适合我们来检测土壤中酚类化合物。

1. 仪器分析条件

仪器:岛津气相色谱仪 GC-2010plus;柱温:50℃;升温程序:50℃(保持1min),5℃/min升到80℃(保持1min),5℃/min升到250℃(保持4min);进样方式:分流;分流比:10:1;气化室:260℃。

检测器:260℃;柱流量:1.3ml/min;进样量:1.0μL;色谱柱:DB-5MS

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线比对结果

结果采用两种不同数据处理方法拉取标准曲线,数据如下。

2.1.1 苯酚标准曲线:

浓度级别1,标准物质浓度5μg/mL,峰面积5945。浓度级别2,标准物质浓度10μg/mL,峰面积10816。浓度级别3,标准物质浓度20μg/mL,峰面积21804。浓度级别4,标准物质浓度50μg/mL,峰面积57672。浓度级别5,标准物质浓度100μg/mL,峰面积127315。浓度级别6,标准物质浓度200μg/mL,峰面积241271。

标准曲线的回归方程直线: $y=1222.32x-961.772$,

$r=0.9987$ 。

标准曲线的回归方程平均RF%: $y=1165.63x$, RF RSD=7.098。

2.1.2 2-氯酚标准曲线

浓度级别1,标准物质浓度5μg/mL,峰面积4388。浓度级别2,标准物质浓度10μg/mL,峰面积7828。浓度级别3,标准物质浓度20μg/mL,峰面积15684。浓度级别4,标准物质浓度50μg/mL,峰面积41413。浓度级别5,标准物质浓度100μg/mL,峰面积91463。浓度级别6,标准物质浓度200μg/mL,峰面积174819。

标准曲线的回归方程直线: $y=884.883x-847.528$, $r=0.9989$ 。

标准曲线的回归方程平均RF%: $y=843.602x$, RF RSD=7.16。

2.1.3 4-硝基酚标准曲线

浓度级别1,标准物质浓度5μg/mL,峰面积3273。浓度级别2,标准物质浓度10μg/mL,峰面积6244。浓度级别3,标准物质浓度20μg/mL,峰面积12906。浓度级别4,标准物质浓度50μg/mL,峰面积34764。浓度级别5,标准物质浓度100μg/mL,峰面积70354。浓度级别6,标准物质浓度200μg/mL,峰面积126064。

标准曲线的回归方程直线: $y=637.352x+1370.95$, $r=0.9962$ 。

标准曲线的回归方程平均RF%: $y=658.922x$, RF RSD=5.48。

2.1.4 五氯酚标准曲线

浓度级别1,标准物质浓度5μg/mL,2196。浓度级别2,标准物质浓度10μg/mL,4062。浓度级别3,标准物质浓度20μg/mL,8311。浓度级别4,标准物质浓度50μg/mL,22099。浓度级别5,标准物质浓度100μg/mL,44568。浓度级

别6, 标准物质浓度200µg/mL, 79939。

标准曲线的回归方程直线: $y=403.425x+976.030$,

$r=0.9964$ 。

标准曲线的回归方程平均RF%: $y=424.712x$, RF

RSD=5.04。

2.2 精密度试验对比结果

表1 (苯酚精密度测试对比结果一览表)

平行号		标准曲线直线法			标准曲线RF%法		
		含量1	含量2	含量3	含量1	含量2	含量3
测定结果 (mg/Kg)	1	0.54	2.01	10.0	0.48	2.02	10.3
	2	0.53	2.03	9.8	0.47	2.04	10.2
	3	0.52	2.02	10.0	0.46	2.03	10.4
	4	0.54	2.04	10.0	0.48	2.05	10.4
	5	0.55	2.05	10.2	0.49	2.07	10.6
	6	0.52	2.02	10.0	0.46	2.03	10.4
平均值 \bar{x} (mg/kg)		0.53	2.03	10.0	0.47	2.04	10.4
标准偏差S (mg/kg)		0.01	0.02	0.12	0.01	0.02	0.13
相对标准偏差RSD (%)		1.98	0.76	1.23	2.32	0.79	1.24
注1: 含量1<含量2<含量3。							

表2 (2-氯酚精密度测试对比结果一览表)

平行号		标准曲线直线法			标准曲线RF%法		
		含量1	含量2	含量3	含量1	含量2	含量3
测定结果 (mg/Kg)	1	0.57	2.04	9.8	0.49	2.03	10.2
	2	0.56	2.01	9.7	0.48	2.00	10.1
	3	0.63	2.06	9.9	0.55	2.05	10.3
	4	0.55	2.05	9.9	0.48	2.05	10.2
	5	0.58	2.08	9.9	0.50	2.07	10.3
	6	0.56	2.05	9.9	0.49	2.04	10.3
平均值 \bar{x} (mg/kg)		0.58	2.05	9.9	0.50	2.04	10.2
标准偏差S (mg/kg)		0.03	0.02	0.06	0.03	0.02	0.06
相对标准偏差RSD (%)		4.61	1.06	0.57	5.58	1.12	0.58
注1: 含量1<含量2<含量3。							

表3 (4-硝基酚精密度测试对比结果一览表)

平行号		标准曲线直线法			标准曲线RF%法		
		含量1	含量2	含量3	含量1	含量2	含量3
测定结果 (mg/Kg)	1	0.13	1.73	10.5	0.34	1.90	10.4
	2	0.11	1.74	10.6	0.33	1.90	10.5
	3	0.18	1.80	10.7	0.39	1.96	10.6
	4	0.15	1.82	10.8	0.37	1.98	10.7
	5	0.16	1.84	11.0	0.37	2.00	10.9
	6	0.17	1.82	10.9	0.39	1.98	10.8
平均值 \bar{x} (mg/kg)		0.15	1.79	10.8	0.36	1.95	10.6
标准偏差S (mg/kg)		0.03	0.04	0.19	0.02	0.04	0.19
相对标准偏差RSD (%)		17.30	2.47	1.78	6.80	2.19	1.75
注1: 含量1<含量2<含量3。							

表4 (五氯酚精密度测试对比结果一览表)

平行号		标准曲线直线法			标准曲线RF%法		
		含量1	含量2	含量3	含量1	含量2	含量3
测定结果 (mg/Kg)	1	0.13	1.74	10.4	0.37	1.89	10.1
	2	0.12	1.73	10.5	0.35	1.89	10.2
	3	0.16	1.75	10.6	0.40	1.90	10.3
	4	0.14	1.71	10.7	0.38	1.86	10.4
	5	0.13	1.82	10.8	0.37	1.97	10.5
	6	0.16	1.78	10.8	0.39	1.93	10.5
平均值 \bar{x} (mg/kg)		0.14	1.76	10.7	0.37	1.91	10.4
标准偏差S (mg/kg)		0.02	0.04	0.17	0.02	0.04	0.16
相对标准偏差RSD (%)		12.56	2.29	1.60	4.38	1.99	1.56
注1: 含量1<含量2<含量3。							

3. 结论

综上所述, 标准曲线直线法的相关系数R均大于0.995, 标准曲线平均RF%法的RF RSD%均小于20%, 二者均能满足实验要求。通过精密度试验对比结果表明, 当标准曲线直线法截距过高或者相关系数R在0.995-0.997之间时, 检测低浓度土壤酚类化合物时, 优先选用标准曲线平均RF%法可提高检测土壤中酚类化合物的准确度。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家环境保护标准《HJ703-2014土壤和沉积物酚类化合物的测定气相色谱法》。

[2] 赵晗、艾仕文、丁奎英、郝莹、孙军、李建军; 酚类污染物的危害及其检测技术进展Vo125No. 62015年第6期

[3] 马洪涛、袁宁、李生; 水体中酚类化合物的危害及其测定方法[J]. 科技信息. 2007. 30

[4] 闫爱云、娜仁高娃、张海燕; 间隔流动化学分析仪测定居住区大气中酚类化合物[J]; 中国卫生检验杂志; 2011年03期

[5] 杨玉明、刘沅晨、许志刚; 酚类化合物的样品前处理技术与检测方法研究进展化学试剂2017. 39 (4), 365-373