

HZ-HJ-SZ-0112

水质—硝基苯等4种化合物—气相色谱法

1 范围

本法适用于地面水和不复杂的化工废水、炸药废水中四种硝基苯化合物的测定。

方法的最小检测浓度(\bar{g}/L): 硝基苯2.8; 对硝基甲苯3.9; 对硝基氯苯1.1; 2,4-二硝基氯苯2.1。

水中存在苯、二甲苯、氯化苯、二氯苯、氯仿、四氯化碳、一溴二氯甲烷、二溴一氯甲烷、溴仿、有机氯农药六六六异构体不干扰测定。

2 原理

水中硝基苯等4种化合物经甲苯一次萃取,将萃取液注入色谱仪,通过毛细柱将混合物分离成单个化合物,用电子捕获检测器进行测定,采用外标峰高法定量。

3 试剂

3.1 无水硫酸钠: 300~400℃烘4h,放入干燥器中冷至室温,装瓶备用。

3.2 甲苯: 在色谱分析条件下无干扰峰,否则应用全玻蒸馏器重蒸。

3.3 水: 不含有机物的蒸馏水。

3.4 甲醇: 优级纯。

3.5 硝基苯类标准物质: 以甲醇为溶剂,含四种硝基苯类化合物的混标(购自国家环保总局标样所),每瓶约2mL,其浓度(\bar{g}/L)为: 硝基苯119.7; 对硝基甲苯99.1; 对硝基氯苯, 42.0; 2,4-二硝基氯苯57.9。

3.6 硝基苯类标准溶液: 根据分析对象将标准物质用甲苯稀释成不同浓度的标准样品。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,具电子捕获检测器(^{63}N 源或氬钨源)。

4.2 色谱柱: 毛细柱。

4.3 100mL容量瓶。

4.2 微量注射器。

5 试样制备

用棕色玻璃瓶取样后,用浓硫酸调pH3~4。

移取50mL待测水样,放入100mL容量瓶中,精确加入5mL甲苯,振摇萃取5min,静置分层后,加水使甲苯液面上升离瓶口约1~2cm处(如发生乳化现象时,从瓶口加入1~2g无水硫酸钠),取出1~2mL甲苯液,放入事先放有少许无水硫酸钠的具塞离心管中,备色谱分析用。

6 操作步骤

按下列条件测定。

色谱条件:

色谱柱: SE-52弹性石英毛细柱,长28m,内径0.25mm。

载气: 高纯氮,流速60mL/min,尾吹40mL/min,分流比50:1。

温度.: 柱温170℃; 汽化室250℃; 检测器250℃。

进样量: 2 μ L。

色谱图中出峰顺序为: 硝基苯、对硝基甲苯、对硝基氯苯、2,4-二硝基氯苯。

7 结果计算

根据样品溶液的色谱峰高,选择接近该浓度的标准溶液,注入色谱仪,以外标法定量。

$$C_{\text{硝基苯类化合物}}(\bar{g}/L) = \frac{h_2 \cdot C_1}{h_1 \cdot K}$$

式中： C_1 —标准溶液浓度($\mu\text{g/L}$)；

h_1 —标样峰高(mm)；

h_2 —样品峰高(mm)；

K —浓缩系数。

8 精密度和准确度

5个实验室对统一发放的高、低两种浓度的样品按本规定的步骤稀释成水样，进行6次平行测定的结果：硝基苯含量为97 $\mu\text{g/L}$ 、365 $\mu\text{g/L}$ 时，相对标准偏差小于4.0%；对硝基氯苯含量为28 $\mu\text{g/L}$ 、117 $\mu\text{g/L}$ 时，相对标准偏差小于4.0%；对硝基甲苯含量为77 $\mu\text{g/L}$ 、322 $\mu\text{g/L}$ 时，相对标准偏差小于4.0%；2, 4-二硝基氯苯含量为46 $\mu\text{g/L}$ 、210 $\mu\text{g/L}$ 时，相对标准偏差小于7.0%。

加标量为样品含量的0.5~2倍时，四种硝基苯的回收率在90.0%~119%之间。

3个实验室对两种化工废水和地面水进行加标回收率实验，4种硝基苯化合物的回收率在82%~116%之间。

注意事项：

(1) 样品必须采集在玻璃容器中，应在当天萃取完，尽快分析。

(2) 萃取过程中出现乳化现象时，用无水硫酸钠破乳或用离心法破乳。

(3) 本法所用色谱柱可采用其他中等极性的色谱柱，如：OV-225、HP-5(5%苯甲基硅酮交联柱)、DB-1(OV-1701)、CBP10-S50-050(相当OV-1701)等柱。

9 参考文献

魏复盛等编著，水和废水监测分析方法指南(中册)，pp. 461~463，中国环境科学出版社，北京，1997。