

# 顶空气相色谱法测定地表水中的氯苯

马道明, 肖勇泉, 田 刚

(扬中市环境监测站, 江苏 扬中 212200)

**摘 要:** 采用液上顶空气相色谱法, 以毛细管柱分离, FID 检测, 测定地表水中的氯苯。方法检测限  $2 \mu\text{g/L}$ , 加标回收率  $83\% \sim 113\%$ , 相对标准差  $4.5\% \sim 6.0\%$ , 精密度和准确度均较好。

**关键词:** 气相色谱法; 氯苯; 地表水

中图分类号: O 657. 71

文献标识码: B

文章编号: 1006- 2009(2001)05- 0034- 01

氯苯不溶于水, 易溶于乙醚、氯仿等有机溶剂。

它对人的皮肤、结膜和呼吸器官有刺激作用, 在人体内容易积蓄而损害肝脏和肾脏。氯苯主要用于制造苯酚、硝基苯酚和苦味酸等。用气相色谱仪液上顶空法测定地表水中氯苯, 取得较好效果。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

Varian SP- 3400 气相色谱仪, FID 检测器; Alltech 石英毛细管柱  $30 \text{ m} \times 0.35 \text{ mm}$ ; 氯苯标准贮备液(甲醇作溶剂)。

### 1.2 色谱分析条件

柱温  $110 \text{ }^\circ\text{C}$ ; 进样器温度  $160 \text{ }^\circ\text{C}$ ; 检测器温度  $180 \text{ }^\circ\text{C}$ ; 载气: 氮  $30 \text{ mL/min}$ , 氢  $30 \text{ mL/min}$ , 空气  $300 \text{ mL/min}$ ; 全分流, 进样量  $1 \text{ mL}$ 。

### 1.3 样品的采集和保存

用玻璃瓶采集样品, 应充满瓶子, 加盖瓶塞, 瓶内不得有气泡。水样采集后应尽快分析, 如不能及时测定, 可在  $2 \text{ }^\circ\text{C} \sim 5 \text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中保存或加入  $0.1\%$  水样量的浓硫酸,  $4 \text{ d}$  内分析。

### 1.4 测定步骤

#### 1.4.1 校准曲线

分别取适量氯苯标准贮备液于  $100 \text{ mL}$  的玻璃瓶中, 用二次重蒸蒸馏水定容至  $80 \text{ mL}$ , 配制成  $5.0 \mu\text{g/L} \sim 35.0 \mu\text{g/L}$  标准系列进行顶空气相色谱法测定, 以峰高为纵坐标, 浓度为横坐标作校准曲线, 其回归方程为:

$$y = 0.097x + 0.572x, \quad r = 0.9994$$

#### 1.4.2 样品测定

用  $100 \text{ mL}$  玻璃瓶取  $80 \text{ mL}$  待测水样, 加盖密封, 置于  $(45 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$  的恒温水浴中平衡  $30 \text{ min}$ , 在同一水浴中预热的注射器, 抽取液上气体  $1 \text{ mL}$  进行分析。以保留时间定性, 峰高定量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 线性范围和检测限

由校准曲线可知, 在  $5.0 \mu\text{g/L} \sim 35.0 \mu\text{g/L}$  浓度范围内有良好的线性关系。

配制接近零浓度的氯苯溶液作为空白进行测定, 每天平行测 2 份, 共测定  $6 \text{ d}$ , 以  $2\sqrt{2}t_f \cdot s_{wb}$  计算检测限, 则该方法检测限为  $2.0 \mu\text{g/L}$ 。

### 2.2 精密度和加标回收率

配制  $7.0 \mu\text{g/L}$ 、 $17.5 \mu\text{g/L}$  和  $31.5 \mu\text{g/L}$  氯苯标液(接近校准曲线上限的  $0.2$  倍、 $0.5$  倍和  $0.9$  倍)进行  $6$  次平行测定, 其相对标准差分别为  $6.0\%$ 、 $4.5\%$  和  $5.1\%$ , 精密度较好。

取境内地表水进行加标回收试验, 加标回收率在  $83\% \sim 113\%$  之间。

### 2.3 水浴温度

为提高氯苯在水中的挥发度, 缩短顶空的气液平衡时间, 可适当提高水浴温度。

收稿日期: 2001- 03- 19; 修订日期: 2001- 05- 25

第一作者简介: 马道明(1969-), 男, 江苏扬中人, 工程师, 大学, 从事环境监测工作。