

• 监测技术 •

# 废水中的丙溴磷气相色谱分析

史毓华<sup>1</sup>, 朱仁康<sup>2</sup>, 夏豪刚<sup>2</sup>, 王逸虹<sup>2</sup>, 侯定远<sup>2</sup>

(1. 苏州工业园区环境监测中心站, 江苏 苏州 215021; 2. 苏州市环境科学研究所, 江苏 苏州 215004)

**摘要:** 试验了废水中的丙溴磷气相色谱分析方法。以大口径毛细管柱分离废水中的丙溴磷, 分别采用氮磷检测器(NPD)和电子捕获检测器(ECD)检测, 得到了良好的分离效果和较高的灵敏度, 方法检测限为0.002 mg/L(绝对检测量最低可达2 pg, NPD)和0.000 8 mg/L(绝对检测量最低可达0.8 pg, ECD)。该方法中, 采用双柱双检测器, 排除了误检和其他物质的干扰, 保证了分析结果的可靠性。

**关键词:** 丙溴磷; 气相色谱法; 废水

中图分类号: O657.71

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2002)04-0033-02

## Analytical Method for Profenofos in Wastewater by GC

SHI Yurhua<sup>1</sup>, ZHU Renkang<sup>2</sup>, XIA Haogang<sup>2</sup>, WANG Yihong<sup>2</sup>, HOU Dingyuan<sup>2</sup>

(1. Suzhou Industrial Park's Environmental Monitoring Station, Suzhou, Jiangsu 215021, China;  
2. Suzhou Environmental Sciences Institute, Suzhou, Jiangsu 215004, China)

**Abstract:** Analytical method for profenofos in wastewater by GC was researched. Profenofos was separated in large caliber capillary column, and detected with NPD and ECD. The detection limit was 0.002 mg/L (the lowest absolute detection quantity can reached 2 pg, NPD) and 0.000 8 mg/L (the lowest absolute detection quantity can reached 0.8 pg, ECD). In this method, the use of two column and two detectors can eliminate the disturbance of other materials and guarantee the analytical result's reliability.

**Key words:** Profenofos; GC; Wastewater

丙溴磷(Profenofos)也叫溴氯磷, 是一种具有触杀和胃毒作用的杀虫剂<sup>[1]</sup>, 为多虫清农药的主要成分之一, 属中等毒性有机物, 它能溶于多种有机溶剂, 常温时饱和蒸气压较低。

目前, 环境中丙溴磷的气相色谱分析方法尚未见报道。工厂中测定丙溴磷原药一般采用气相色谱法, 填充柱分离, 氢火焰检测器检测, 检测限难以满足环境分析的需要。现用气相色谱法, 氮磷检测器和电子捕获检测器, HP-1及HP-20M大口径弹性石英毛细柱分离检测丙溴磷, 取得了满意的结果。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器和试剂

HP-5890A气相色谱仪, NPD和ECD; HP-1弹性石英毛细管柱, 10 m × 530 μm × 2.65 μm; HP-20M弹性石英毛细管柱, 10 m × 530 μm × 1.33 μm。丙溴磷, 96.1%; 二次蒸馏水, 无干扰峰。

#### 1.2 标准溶液

称取一定量的丙溴磷, 用甲醇溶解, 定容于100 mL容量瓶中, 配成g/L级贮备溶液。临用时, 用二次蒸馏水逐级稀释成0.1 mg/L标准溶液。

#### 1.3 色谱条件

##### 1.3.1 氮磷检测器

HP-1色谱柱; 柱温200 °C(1 min), 20 °C/min升温至270 °C(1 min); 进样温度220 °C; 检测器温度220 °C; 载气(高纯氮)17.6 mL/min; 氢3.5 mL/min; 空气110 mL/min; 进样量1 μL, 标准样色谱图见图1(a)。

##### 1.3.2 电子捕获检测器

HP-20M色谱柱; 柱温150 °C(1 min), 10 °C/min升温至170 °C(1 min), 60 °C/min升温至220 °C(3 min); 进样温度220 °C; 检测器温度350 °C; 载

收稿日期: 2002-06-19; 修订日期: 2002-08-09

作者简介: 史毓华(1973-), 女, 江苏苏州人, 工程师, 硕士, 现从事环境监测工作。

气(高纯氮) 19.1 mL/min; 进样量 1 μL, 标准色谱图见图 1(b)。

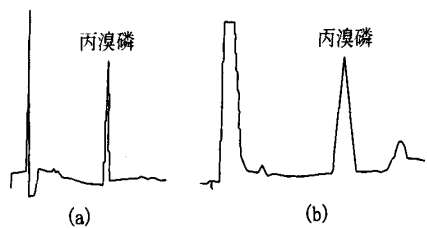
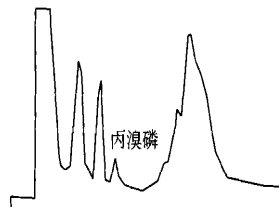


图 1 丙溴磷标准样品色谱峰

道(3<sup>#</sup>)和附近村进水(4<sup>#</sup>)的样品进行分析, 结果见表 2。1<sup>#</sup> 样品色谱图见图 2。

表 2 实际样品分析结果 mg/L

样品	HP- 1, NPD	HP- 20M, ECD
1 <sup>#</sup>	0.078	0.074
2 <sup>#</sup>	0.039	0.042
3 <sup>#</sup>	0.058	0.061
4 <sup>#</sup>	0.007	0.008



丙溴磷 3 min 2 s (ECD)

2 某工厂废水处理设施排放口废水色谱峰

## 2 结果与讨论

### 2.1 校准曲线

用二次蒸馏水将丙溴磷标准贮备液分别配制为 0.34 mg/L、0.68 mg/L、1.02 mg/L 和 1.36 mg/L 标准系列及空白溶液, 在两种色谱条件下测定, 绘制校准曲线, 其回归方程列表 1。

### 2.2 检测限、精密度及加标回收率

以仪器噪声两倍为检测限。用 8 次平行测定值求其精密度。由于采用直接进样, 丙溴磷在废水中的加标回收率均较高。测定结果见表 1。

表 1 丙溴磷的检测限、精密度和加标回收率

项 目	HP- 1, NPD	HP- 20M, ECD
回归方程	$y = 74.4x - 0.1$	$y = 161.8x - 1$
相关系数	0.998 8	0.999 6
检测限 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	0.002	0.000 8
最低检测量 $m / \mu\text{g}$	2	0.8
相对标准差 / %	8.8	4.0
加标回收率 / %	91~ 104	94~ 102

### 2.3 实际样品分析

分别用上述两种色谱分析条件, 对某工厂废水处理设施的排放口(1<sup>#</sup>)、雨水排放口(2<sup>#</sup>)、厂下水

从表 2 可见, 丙溴磷在两种检测器上均有较高的响应, 测定结果基本一致。由此表明, 这两种方法都是可行的。在实际样品中, 如果组分复杂, 含氮磷物质又较少时, 可采用 GC- NPD 法; 如实际样品中丙溴磷含量较低而组成又不很复杂, 可考虑采用 GC- ECD 法。

实际样品如含有高沸点、难以馏出的物质, 可先将柱温升至较高温度并保持一定时间, 便可把这些高沸点、难以馏出的物质全部吹出色谱柱, 然后再行进样分析, 否则会出现“鬼峰”而干扰测定。

采用直接进水样技术, 避免了萃取浓缩等预处理步骤, 大大缩短了分析时间, 特别适用于污染事故应急监测。

[参考文献]

[1] 林 郁. 农药应用大全[M]. 北京: 农业出版社, 1989. 695.

• 简讯 •

## 国家环境保护总局监测仪器质检中心 实现了检定现场远程监控

近日, 国家环境保护总局环境监测仪器质量监督检验中心(简称质检中心)建立了计算机远程监控检定现场烟气的在线动态监测系统(CEMS 系统)。操作人员通过该系统就可随时查阅、监视任一厂家(商)被检 CEMS 系统的运行状态(包括烟尘排放浓度、烟气排放浓度、烟气流速等测量参数的数据报表)、实时测试图表以及历史数据, 实现了无纸化办公, 提高了工作效率。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2002 年第 5 期