

# 气相色谱法测定水和废水中的溴丙磷

张 超,顾海东

(苏州市环境监测中心站,江苏 苏州 215004)

**摘 要:** 试验了水和废水中溴丙磷的气相色谱分析法。采用二氯甲烷萃取,HP-1 10 m ×530 μm ×2.65 μm 大口径毛细管柱分离,火焰光度检测器(FPD)检测,得到了良好的分离效果。检出限可达 0.000 7 mg/L(萃取 10 倍),相对标准差为 2.6%。

**关键词:** 水;废水;溴丙磷;气相色谱法

**中图分类号:** O657.71 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2003)05-0031-01

## To Detect Profenfos in Water and Wastewater Using GC

ZHANG Chao, GU Hai-dong

(Suzhou Environmental Monitoring Center, Suzhou, Jiangsu 215004, China)

**Abstract:** To detect profenfos in water and wastewater using GC. Using methylene chloride to extract, separated through HP-1 10 m ×530 μm ×2.65 μm capillary column, detected by FPD. Detection limit can reach 0.000 7 mg/L (extracted 10 times), relative standard deviation was 2.6%.

**Key words:** Water; Wastewater; Profenfos; GC

溴丙磷(profenfos)为淡黄色液体,沸点 110,可溶于水和大多数有机溶剂中,在中性和弱酸性条件下较稳定<sup>[1]</sup>。溴丙磷属中等毒性物质,是一种具有触杀和胃毒作用的杀虫剂<sup>[2]</sup>,为多虫清农药的主要成分之一。

目前,国内刊物上尚未见环境中溴丙磷分析方法的报道。农药厂采用填充柱气相色谱法,氢火焰检测器进行常量检测,其检测限难以满足环境中有机污染物低含量的分析要求。今采用火焰光度气相色谱法测定,取得了较好的效果。

液逐级稀释配成 0.0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L 溴丙磷标准溶液进行测定,考察其线性范围,回归方程:

$$Y = 78.75 X + 4, r = 0.999。$$



图1 溴丙磷色谱峰

### 1 主要仪器和试剂

PE8700 气相色谱仪,带 FPD;HP-1 毛细管柱,10 m ×530 μm ×2.65 μm;溴丙磷,91.0%。

### 2 色谱条件

柱温 230;进样器温度 210;检测器温度 250;载气(氮)10 psig;氢 12 psig;空气 22 psig。

### 3 标准曲线

称取一定量溴丙磷,用二氯甲烷溶解,定容于 100 mL 容量瓶中,配成标准贮备液。将标准贮备

### 4 样品的预处理

取一定量水样,用二氯甲烷按 1:10 充分萃取,实验结果表明萃取效率可达到 85%以上。高浓度

收稿日期:2003-01-13;修订日期:2003-09-16

作者简介:张超(1970—),男,江苏张家港人,工程师,学士,从事环境综合分析工作。

· 工作经验 ·

# 火焰原子吸收光谱法测定底泥中铜铅镍锌镉铬的 10 种消解方法的比较

孙国明<sup>1</sup>, 吴 敏<sup>2</sup>

(1. 礼来制药有限公司, 江苏 苏州 215021; 2. 苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

中图分类号: O657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006 - 2009(2003)05 - 0032 - 02

湖泊底泥中重金属含量的多寡对水产养殖业的影响以及其底泥能否作为农田肥料都至关重要。目前有关底泥中重金属的测定, 原子吸收光谱法是较理想的一种方法。由于对底泥样品所用的前处理方法不同, 有时会使测定结果有明显的差异。为此, 今对常用的 10 种消解法<sup>[1-6]</sup>进行全面、系统的试验比较, 供参考。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

AA 6800 火焰原子吸收光谱仪, 岛津; 铜、铅、镍、锌、镉、铬单元素空心阴极灯, 上海电光器件公司; 混合金属标准溶液: 铜、铅、镍各为 25.0 mg/L, 锌、铬各为 10.0 mg/L, 镉 2.50 mg/L; 所用试剂除过氧化氢为分析纯外, 其余均为优级纯。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 样品制备

底泥经自然风干, 研细过 100 目筛, 用四分法取样 200 g, 保存备用。

#### 1.2.2 样品消解

方法 1~方法 8 称取 0.500 0 g 样品于 100 mL 高型玻璃烧杯; 方法 9 和方法 10 则称取 0.500 0 g 样品于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中进行消解。每种消解方法均作 3 份平行样和空白试验。消解后过

滤, 用 0.2 mol/L HNO<sub>3</sub> 稀释至 50 mL, 火焰原子吸收光谱仪测定。

#### 1.2.3 样品 10 种消解方法

##### 方法 1——硝酸水浴消解法

在盛有样品的烧杯中(下同)加入硝酸 10 mL, 盖上表面皿, 置于 100℃ 水浴上加热消解, 直至棕色 N<sub>2</sub>O 赶尽, 取下冷却, 过滤。

##### 方法 2——硝酸煮沸消解法

加入硝酸 10 mL, 盖上表面皿, 在电热板上加热煮沸 20 min, 取下冷却, 过滤。

##### 方法 3——硝酸蒸干消解法

加入硝酸 10 mL, 盖上表面皿, 在电热板上加热煮沸 20 min, 再低温蒸干, 冷却, 加适量水, 加热溶解残渣, 过滤。

##### 方法 4——王水消解法

加入王水 10 mL, 盖上表面皿, 下同方法 3。

##### 方法 5——干灰化 - 王水消解法

将样品杯置马弗炉内, 于 450℃ 灰化 60 min, 下同方法 4。

##### 方法 6——硝酸 - 高氯酸消解法

收稿日期: 2003 - 04 - 21; 修订日期: 2003 - 09 - 11

作者简介: 孙国明(1962 - ) 男, 江苏苏州人, 大学, 从事生物研究分析工作。

工业废水可在萃取后适当稀释测定。色谱图见图 1。从图 1 可见, HP - 1 柱分离效果良好。

## 5 检测限及精密度

对 3.0 mg/L 溴丙磷标准溶液连续测定 6 次, 相对标准偏差为 2.6%。当萃取倍数为 1:10 时, 方法检出质量浓度可达 0.000 7 mg/L, 完全能满足环

境样品的分析要求。

### [参考文献]

- [1] 董华模. 化学物的毒性及其环境保护参数手册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1988. 924 - 925.
- [2] 林 郁. 农药应用大全[M]. 北京: 农业出版社, 1989. 695.

本栏目责任编辑 李延嗣