

手工静态顶空法测定水中挥发性卤代烃的操作关键

杨丽莉,姚朝英,张平奇
(南京市环境监测中心站,江苏 南京 210013)

中图分类号: X830 文献标识码: C 文章编号: 1006-2009(2005)06-0045-01

测定水中挥发性卤代烃,国家标准推荐使用的方法是手工静态顶空法,但在实际操作时,精密度和准确度不易得到保证,操作关键除了《水和废水监测分析方法》(第四版)提到的平衡温度、平衡时间和顶空瓶的密闭性外,取样注射器表面对样品有吸附,对测定结果有影响。将注射器进行脱活处理后,即能解决玻璃表面的吸附问题。

先按照 $V(\text{二甲基二氯硅烷})/V(\text{甲苯}) = 5/100$ 的比例配制硅烷化试剂,再将洗净烘干的注射卡介苗用的注射器浸泡其中 30 min,然后用甲醇反复冲洗,并于 40℃ 烘干备用。玻璃表面的硅羟基对极性样品有一定的吸附作用,实验中发现,对挥发性卤代烃也有吸附,而且浓度越低,吸附越严重,对检测结果准确度影响也就越大。根据硅烷化试剂和羟基反应原理^[1],将玻璃表面的极性基团羟基封闭,即能达到脱活目的。在脱活处理中,一定要干燥、无水,硅烷化反应完成后,用甲醇将过量的硅烷化试剂洗掉,低温烘干,保证玻璃表面的封闭层均匀牢固。用处理过的注射器取样,样品吸附现象明显减少,见图 1。

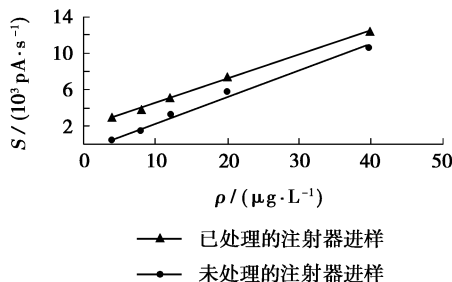


图 1 不同注射器取样对三氯甲烷峰面积影响

另外,取样注射器的温度对检测挥发性卤代烃

的灵敏度和准确度也有影响。用加热注射器取样,得出的峰面积明显高于未加热处理器的峰面积(室温 10℃),故在实验时把注射器与样品同时加热,取样后用同时加热的起保温作用的棉布套包住注射器,以保证注射器内样品气体的温度,见图 2。

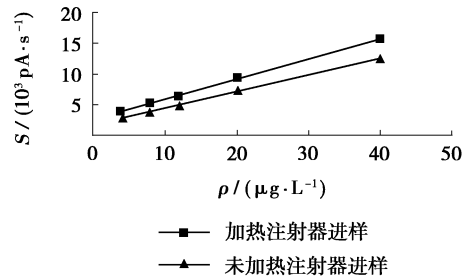


图 2 注射器温度对三氯甲烷峰面积的影响

用该方法对国家环境监测总站标样研究所 32904 号挥发性卤代烃标样加以验证,结果表明,精密度和准确度都满足了标准方法要求,效果良好。用静态顶空法测定时,样品的平衡与蒸汽压有着密切的关系,故在做标准工作曲线时,标准溶液的加入量不能相差太大,否则由于大量的溶剂(甲醇)产生的蒸汽压,会对样品组分的平衡带来影响,而影响样品测定的准确度。

[参考文献]

[1] 顾惠祥,阎宝石. 气相色谱实用手册[M]. 第二版,北京:化学工业出版社,1997.

收稿日期: 2004-11-04; 修订日期: 2005-09-13

作者简介: 杨丽莉(1968—),女,江苏沛县人,高级工程师,大学,从事环境监测工作。