

# 气相色谱法测定苯系物标准样品

邓延慧

(南京市环境监测中心站,江苏 南京 210013)

**摘要:**提出了以二硫化碳为稀释剂,用氯苯作内标物,采用程序升温,调节载气流量,在一根色谱柱上使苯系物标准样品中的 7 个组分得到完全分离。对苯系物标准样品进行多次测定,各组分的测定结果均在标准样品的保证值范围内,相对标准差小于 3%,方法的准确度和精密度均较好。

**关键词:**标准样品;苯系物;气相色谱法

**中图分类号:** O657.71 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2002)02-0028-01

## To Determine Benzene Standard Samples Using Gas Chromatography

DENG Yan-hui

(Nanjing Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210013, China)

**Abstract:** Taking CS<sub>2</sub> as diluent, chlorobenzene as internal standard, programmed increasing temperature, seven components were separated from benzene standard samples in a chromatographic column. Many times experiments were undertaken, and the detection results were all limited among the assurance scope. The relative standard deviation was less 3%. There had a good accuracy.

**Key words:** Standard samples; Benzene; Gas chromatography

环境标准样品主要用于环境监测分析中的质量保证和质量控制,亦用于分析仪器校正,分析方法比对和分析技术仲裁。苯系物标样是由国家环保总局标准样品研究所研制,由多家实验室采用各种分析方法进行测定,再经数理统计处理,确定其标准值和不确定度。南京市环境监测中心站参加了国家环境标准样品协作定值工作,曾用 BP 1 石英毛细管柱 25 m × 0.32 mm × 0.25 μm,柱温 75 °C,载气 N<sub>2</sub> 0.8 mL/min 测定,其中对二甲苯和间二甲苯两峰分离不开。又用 BP 20 石英毛细管柱 25 m × 0.22 mm × 0.25 μm,柱温 65 °C,载气 N<sub>2</sub> 0.4 mL/min 测定,苯不出峰,且甲苯峰出在稀释剂甲醇峰的拖尾上。要想测定苯系物标样中的 7 个组分含量,必须用两根色谱柱,用两种条件方能完成,比较繁琐。现采用二硫化碳稀释标样,用程序升温,程序升压(调节载气流量),一根色谱柱,在同种色谱条件下完成苯系物标样中 7 个组分测定,分离效果好,大大地简化了分析过程。用氯苯作内标物进行定量,消除了大部分系统误差,提高了分析精密度。

HP 6890 气相色谱仪, FID 检测器(安捷伦公司); BP-20 石英弹性毛细管柱 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm。高纯氮, 99.999%; 甲醇、苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、异丙苯、氯苯,均为色谱纯;二硫化碳,使用前应提纯,经气相色谱检验无苯系物检出。

### 1.2 色谱分析条件

柱温 45 °C (5 min)  $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$  65 °C (3 min); 进样器 200 °C; 检测器 200 °C。

载气 N<sub>2</sub> 0.4 mL/min (3.5 min)  $\xrightarrow{10\text{ mL}/\text{min}}$  3.0 mL/min (5 min); 氢气 35 mL/min; 空气 300 mL/min; 尾吹 N<sub>2</sub> 29.6 mL/min; 分流比 10:1。

### 1.3 测定步骤

#### 1.3.1 标准曲线

分别取适量苯系物标准储备液(甲醇溶剂)及 1 000 mg/L 氯苯内标液 100 μL 于 25 mL 容量瓶中,用二硫化碳定容,配成数组标准系列溶液进行气相色谱分析。分别用苯系物各组分的峰高与内

(下转第 46 页)

## 1 试验

### 1.1 主要仪器和试剂

收稿日期:2002-01-10;

作者简介:邓延慧(1966—),女,湖北省人,助理工程师,大学,从事环境监测工作。



美国 Eola 湖,用卵石覆盖湖底,结果湖水透明度增加,同时还能防止硫化氢气体的产生。

### 2.3 底层曝气

在产生水温跃层的水域底层曝气以补充溶解氧,不破坏成层,维持夏季停滞期内底层的好气性,防止磷从底泥中溶出和硫化氢、甲烷等气体的产生。

德国 Wahnbach 水库,利用该方法,将夏季停滞期内水库底层的溶解氧维持在 3 mg/L 的水平,锰离子质量浓度由 3 mg/L 降低到 0.2 mg/L,磷酸根离子质量浓度由 80  $\mu\text{g/L}$  降低到 20  $\mu\text{g/L}$ 。

该方法的设施管理费用较高。

## 3 水中生物对策

### 3.1 去除生物

通过去除水生植物、藻类、植物残骸等降低水中营养盐含量。

### 3.2 全层曝气

人工循环,全层曝气,破坏成层,改善水质,抑制藻类。在夏季成层期,底层的溶解氧不足,通过人工循环,进行上下混合,能防止底泥中的营养盐溶出,避免藻类长时间滞留在有光层,从而抑制其生产性。在有光层浅的湖泊,溶解氧增加后,铁、锰、氢氧化物能吸附磷而沉降。

美国 Vesuvius 湖,利用该方法,每天循环水量

52 000  $\text{m}^3$ ,8 d 内成层消失。

美国 Indianbrook 水库,在水深 2.3 m 处用压缩机以 4.5  $\text{m}^3/\text{min}$  的速率通入空气,使成层完全破坏,整个水体的溶解氧增加。

美国 Wohlford 湖,在距湖底 1.5 m 处用压缩机以 6.0  $\text{m}^3/\text{min}$  的速率通入空气,6 d 后,湖泊的全体成层破坏,溶解氧增加。

该方法存在的问题是成层破坏后,底层水温的上升、营养盐溶出速度的加快和对有光层营养盐的供给会加快藻类生产。

## 4 其他方法

除上述对策外,还有另外一些方法可改善富营养化水质,如水位操作,通过升高或降低水位来抑制水中生物;物理对策,用机械将水中植物除去;化学抑制,向湖水中散入杀菌剂、除草剂等化学物质,杀灭或抑制某些有害生物,如加入  $\text{CuSO}_4$  以抑制藻类;生物学抑制,利用非公害性水生植物的繁殖来抑制有害水生植物等。

由于每个湖泊的流域特性、水文特点、水质特点和生物特性都不相同,因此应根据其特点,选用合适的方法,有效地改善水质。

本栏目责任编辑 姚朝英

(上接第 28 页)

标物峰高比为纵坐标,质量浓度为横坐标绘制标准曲线,其回归方程的相关系数除苯为 0.999 3 外,其他均为 0.999 9。

### 1.3.2 样品测定

取定值标样 500  $\mu\text{L}$  于 25 mL 容量瓶中加入内标物 100  $\mu\text{L}$ ,用二硫化碳定容,取 2  $\mu\text{L}$  进行 GC 分析。以保留时间定性,峰高比定量。色谱图见图 1。

## 2 结果与讨论

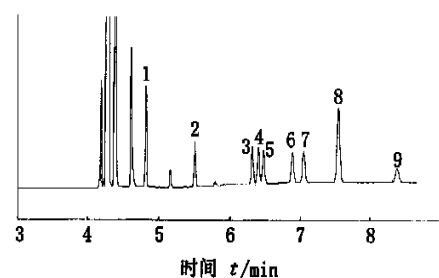
### 2.1 线性范围和检测限

由标准曲线可知,在 1.0 mg/L ~ 15.0 mg/L 质量浓度范围内有良好的线性关系。方法的检测限(以噪声两倍计):苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯为 0.02 mg/L,异丙苯、邻二甲苯为 0.03 mg/L。

### 2.2 精密度和准确度

取定值标样进行 6 次平行测定,其相对标准偏

差均小于 3%,精密度较好,完全能满足标样定值要求。



1——苯; 2——甲苯; 3——乙苯; 4——对二甲苯;  
5——间二甲苯; 6——异丙苯; 7——邻二甲苯;  
8——氯苯; 9——氯乙烯

图 1 苯系物标准样色谱峰

取已知质量浓度的苯系物标准样品进行测定,7 个组分的测定值均在标准样品保证值的范围内,方法的准确度较好。