

气相色谱法测定水质苯系物

郭映辉

(中国石油化工集团公司环境监测总站, 辽宁 抚顺 113001)

摘 要:指出了气相色谱法测定水质苯系物存在的不足。提出用 3 % 有机皂土 - 34 + 2.5 % 邻苯二甲酸二壬酯混合涂渍的 101 担体 (60 目~80 目) 不锈钢色谱柱分离苯系物, 可在 19 min 内分离水样中 7 种苯系物, 对二甲苯与间二甲苯等难分离物质对可完全分离。改进后的样品前处理顶空装置操作简单、安全, 可连续自动振荡, 并且可以同时处理多个样品。

关键词:苯系物; 顶空装置; 水质; 气相色谱

中图分类号: X832

文献标识码: B

文章编号: 1006 - 2009(2002)05 - 0035 - 02

To Determine Benzene Using Gas Chromatography

GUO Ying-hui

(Environmental Monitoring Station, Chinese Petroleum Chemistry Group Company, Fushun, Liaoning 113001, China)

Abstract: The disadvantage to determine benzene using gas chromatography was illustrated. Using the 101 supporter (60 mesh~80 mesh) which was coated by 3 % bentone - 34 and 2.5 % DNP and stainless steel chromatographic column to separate benzene. Within 19 min, 7 kinds of benzene were separated. The improved pre-treatment procedure was operation-easy and safe, and can treat many samples in the same time.

Key words: Benzene; Head-space equipment; Water quality; Gas chromatography

我国 1989 年颁布了 GB 11890 - 89 水质苯系物气相色谱法。该标准方法的样品前处理采用的是溶剂萃取法和顶空提取法, 但是在按样品前处理操作时, 出现了一些问题, 为此对操作方式加以改进, 取得了较为满意的结果。

1 问题

(1) 按标准方法^[1], 采用 3 % 有机皂土/101 担体 + 2.5 % 邻苯二甲酸二壬酯/101 担体 (混合重量比为 35 : 65) 填充柱分离苯系物, 各组分得到较好的分离, 但是, 对二甲苯和间二甲苯分离不完全, 而且保留时间长。

(2) 样品前处理顶空装置的操作步骤是将水样装入 100 mL 注射器中, 然后将其置于康氏振荡器上的水浴筒中, 用固定夹固定, 再启动康氏振荡器提取样品。但是, 由于康氏振荡器振荡强烈, 水浴筒无法固定, 水浴筒内水溢出, 注射器易露出水面, 对样品测定结果有影响, 而且也有危险性。

(3) 标准方法要求, 当样品的苯系物质量浓度在 0.05 mg/L ~ 2 mg/L 范围时, 应用溶剂萃取法提取样品, 实际应用表明, 用二硫化碳提取组成复

杂的水样易发生乳化, 样品转移时, 苯系物易挥发损失, 难以准确测定苯系物。

2 改进

2.1 色谱柱选择

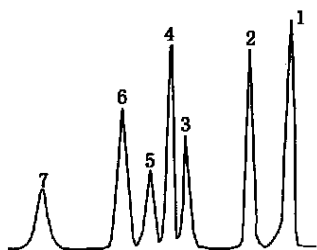
用配有 FID 检测器的 SP - 3400 色谱仪, 在柱温 65 °C, 气化室温度 200 °C, 检测器温度 150 °C, 氮气流速 19 mL/min 的分析条件下, 用装有 3 % 有机皂土 - 34 和 2.5 % 邻苯二甲酸二壬酯混合涂渍的 101 担体 (60 目~80 目) 不锈钢色谱柱 (2 mm × 3 m), 可在 19 min 内分离水样中 7 种苯系物, 对二甲苯与间二甲苯等难分离的物质对可完全分离。色谱图见图 1。

此外, 选用文献[2]介绍的 5 % SP - 1200 和 1.75 % 有机皂土混合涂渍的 Chromosorb WHP (80 目~100 目) 玻璃色谱柱 (3 mm × 3 m), 在柱温 75 °C, 氮气流速 19 mL/min 的分析条件下, 能测定 8 种苯系物, 还能测定正丙苯。对二甲苯与间二

收稿日期: 2002 - 06 - 03

作者简介: 郭映辉 (1958 -), 女, 辽宁沈阳人, 工程师, 大专, 从事环境监测工作。

甲苯也能完全分离。

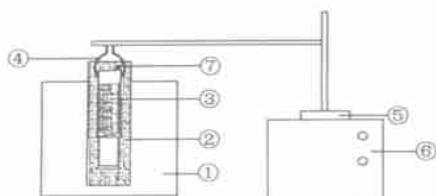


1——苯;2——甲苯;3——乙苯;4——对二甲苯;
5——间二甲苯;6——邻二甲苯;7——苯乙烯

图 1 苯系物色谱图

2.2 样品前处理的顶空装置改进

改进的顶空装置是将水浴筒置于超级恒温水浴中,水浴筒内加入一定量的水,铁台固定在康氏振荡器上。连接铁台水平杆上的铁夹,夹住推杆朝下的注射器接口一端,使装有水样的注射器悬挂并淹没在水浴筒中。随着康氏振荡器的振荡,铁架台带动水浴筒中注射器振荡,达到提取样品的目的。样品前处理顶空装置见图 2。



①——超级恒温水浴;②——水浴桶;③——注射器;
④——铁夹;⑤——铁台;⑥——康氏振荡器;⑦——密封垫

图 2 样品前处理顶空装置

改进后的顶空装置使用简便、安全,可连续自动振荡,可以同时提取多个注射器内的样品。针头接口用胶帽,或内衬有硅橡胶垫的聚四氟乙烯卡套

和铜卡套封紧。

用改进后的顶空装置对抚顺石油二厂曝气池总排水样进行精密度和准确度实验,加入已知量的标准溶液,测定其中 8 种苯系物($n=5$),测定结果,苯系物平均回收率为 90%,相对标准偏差小于 7.5%。以峰高为噪声 2 倍,苯系物测定的检测限达到标准方法的 0.005 mg/L,改进的样品前处理装置适用于水和废水中微量苯系物的测定。

2.3 二硫化碳萃取法与顶空装置提取法比较

采集石油三厂曝气池进口水样,加入 5 mL 二硫化碳萃取,水样发生乳化,加入无水硫酸钠无法破乳,用离心沉降机分离水相与有机相,但样品在转移时有部分损失。用顶空提取法优于二硫化碳萃取法,测定同一种水样,顶空法可检测 0.05 mg/L~0.08 mg/L 苯系物,而二硫化碳萃取法却无法检测之。二硫化碳萃取法可用于清洁水样的测定,方法的检测限可达到 0.05 mg/L。但由于二硫化碳臭味极强,既危害实验人员的身体健康,又造成实验室二次污染,不利于推广使用。

3 结论

用 3% 有机皂土和 2.5% 邻苯二甲酸二壬酯混合涂渍的 101 担体(60 目~80 目)不锈钢色谱柱(2 mm × 3 m)和液晶 SCOT 等毛细管柱分离苯系物,分离效果好。采用改进的顶空装置处理水样,测定苯系物平均回收率为 90%,相对标准偏差小于 7.5%。以峰高为噪声 2 倍时,苯系物测定的检测限可达到 0.005 mg/L。

[参考文献]

- [1] GB 11890 - 89,水质词汇(第 3 - 7 部分)与分析方法[S].
- [2] 包志成,董金狮. 气提 - 捕集气相色谱法测定水中芳香烃类[J]. 环境化学,1990,9(4):33 - 35.

简讯·

南京市召开政府环保专题调研会

近日,南京市市长罗志军、副市长周学柏和市有关委办局领导在南京市环境监测中心站召开了全市环保工作专题调研会。罗市长、周副市长一行视察了南京市站的政务公开触摸屏、空气自动监测系统等,并在会上分别作了讲话。周副市长还对南京市的环境监测工作提出了“必须加强对全市环境质量的监测分析,监测必须能够贯彻环保意图,能够代表群众利益,真正做到监测到位”的要求。

陈宝琳