

顶空气相色谱法测定水中苯系物的方法改进

沈杰, 顾健卫, 徐锦昌
(启东市环境监测站, 江苏 启东 226200)

中图分类号: O 657. 7⁺ 1 文献标识码: C 文章编号: 1006- 2009(2006) 04- 0047- 01

水中苯系物的测定采用 GB 11890- 1989《水质苯系物的测定 气相色谱法》在实际应用中, 该方法操作步骤繁琐复杂、难于掌握, 给样品的准确测定带来困难^[1]。为此对该方法作了改进, 改进后的操作省时、省力, 规范可靠, 取得了满意结果。

1 顶空气相色谱法测定步骤的改进

首先选用 NNOW_{ax} 毛细管柱代替填充柱, 再用 V arian SP 3400 气相色谱仪 (带氢火焰离子化检测器, FID), 在载气 (N₂) 柱前压 $1. 03 \times 10^5$ Pa 空气流速 300 mL /m in, 氢气流速 30 mL /m in, 柱温保持 65 ℃, 进样器温度 200 ℃, 检测器温度 220 ℃的色谱条件下分流进样。当分流比为 10: 1, 进样量为 0. 5 mL 时, 苯系物各组分完全分离, 分离效果

理想。二是选用商品顶空瓶, 带硅橡胶垫, 密封性好, 可以保证顶空瓶中气液平衡的一致性。三是省去了顶空瓶准备时空气- 氮气的抽换过程, 因为空气基本上不影响苯系物在顶空瓶中的气液平衡, 也不影响在 FID 中的信号响应。四是改进了标准系列样的制备过程, 用微量注射器抽取高浓度样品直接注入已密封的顶空瓶中稀释, 避免了多步骤操作苯系物的损失。五是用气密性注射器代替全玻璃注射器, 避免了全玻璃注射器经常发生的漏气现象, 提高了进样的稳定性和准确性。

2 线性关系

苯系物标准系列的测定结果见表 1。

表 1 苯系物标准系列测定结果 (峰面积)

标准系列 V/μL ^①	苯	甲苯	乙苯	对二甲苯	间二甲苯	异丙苯	邻二甲苯
1	62 794	64 250	62 892	58 436	61 341	65 749	57 772
2	132 708	133 336	124 821	121 479	122 216	124 102	113 876
3	197 404	190 898	173 742	161 116	166 968	167 166	155 060
4	271 641	264 552	242 742	225 241	232 080	234 411	216 163
5	365 739	346 577	309 872	288 522	296 455	295 197	276 007
相关系数	0. 998	0. 999	0. 999	0. 998	0. 999	0. 999	0. 999

① 混标取样体积。

3 精密度和准确度

国家实验室认可委员会能力验证样品 (CNAL T0085 a)测定结果见表 2。

表 2 CNAL T0085 a 样品测定结果 (n = 8)

	苯	甲苯	乙苯	对二甲苯	间二甲苯	异丙苯	邻二甲苯
平均值 ρ/(μg· L ⁻¹)	81. 8	97. 8	113	102	94. 8	144	113
标准偏差 ρ/(μg· L ⁻¹)	2. 48	4. 02	5. 95	5. 48	5. 13	8. 93	5. 77
相对标准偏差 /%	3. 0	4. 1	5. 3	5. 4	5. 4	6. 2	5. 1
结果评价	满意	满意	满意	满意	满意	满意	满意

用改进方法测定某化工废水中苯系物时, 加标回收率均在 90% ~ 105% 内, 表明改进方法的测定步骤简便规范, 易于掌握, 测定结果相关性和精密度好, 准确度高。

[参考文献]

[1] 邓延慧. 气相色谱法测定苯系物标准样品 [J]. 环境监测管理与技术, 2002, 14(2): 28.

收稿日期: 2005- 07- 28 修订日期: 2006- 05- 18

作者简介: 沈杰 (1974-), 男, 江苏启东人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。