



中华人民共和国国家标准

GB 11890—89

水质 苯系物的测定 气相色谱法

Water quality—Determination of benzene and its
analogies—Gas chromatographic method

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

水质 苯系物的测定 气相色谱法

GB 11890—89

Water quality—Determination of benzene and its analogies—Gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准适用于工业废水及地表水中苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、苯乙烯 8 种苯系物的测定。

本方法选用 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 的串联色谱柱,能同时检出样品中上述 8 种苯系物。采用液上气相色谱法,最低检出浓度为 0.005 mg/L,测定范围为 0.005~0.1 mg/L;二硫化碳萃取的气相色谱法,最低检出浓度为 0.05 mg/L,测定范围为 0.05~12 mg/L。

2 试剂和材料

2.1 载气和辅助气体

2.1.1 载气:氮气,纯度 99.9%,通过一个装有 5 A 分子筛、活性炭、硅胶的净化管净化。

2.1.2 燃气:氢气,与氮气的净化方法相同。

2.1.3 助燃气:空气,与氮气的净化方法相同。

2.2 配制标准样品和试样预处理时使用的试剂和材料

2.2.1 苯系物:苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、苯乙烯均采用色谱纯标准试剂。

2.2.2 无水硫酸钠(Na_2SO_4),分析纯。

2.2.3 氯化钠(NaCl),分析纯。

2.2.4 氮气,用活性炭加以净化的普氮(99.9%)。

2.2.5 蒸馏水。

2.2.6 二硫化碳(CS_2),分析纯。在色谱上不应有苯系物各组分检出。如若检出应做提纯处理。

2.2.7 苯系物贮备溶液:各取 10.0 μL 苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、苯乙烯色谱纯标准试剂(2.2.1),分别配成 1 000 mL 的水溶液作为贮备液。可在冰箱中保存一周。

2.2.8 气相色谱用标准工作溶液:根据检测器的灵敏度及线性要求,取适量苯系物贮备溶液(2.2.7)用蒸馏水(2.2.5)配制几种浓度的苯系物混合标准溶液。

2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料

2.3.1 色谱柱和填充物:见 3.4 条“色谱柱”中有关内容。

2.3.2 涂渍固定液所用溶剂:苯、丙酮。

3 仪器

3.1 仪器的型号

带氢焰离子化检测器的气相色谱仪。

3.2 进样器

5 mL 医用全玻璃注射器, 10 μ L 微量注射器。

3.3 记录器

与仪器相匹配的记录仪。

3.4 色谱柱

3.4.1 色谱柱类型: 填充柱。

3.4.2 色谱柱数量: 1 支。

3.4.3 色谱柱的特性:

3.4.3.1 材料: 不锈钢或硬质玻璃管。

3.4.3.2 长度: 3 m。

3.4.3.3 内径: 4 mm。

3.4.4 填充物:

3.4.4.1 载体:

a. 名称: 101 白色担体。

b. 粒度: 60~80 目。

3.4.4.2 固定液:

a. 名称及其化学性质: 有机皂土 (Bentone), 最高使用温度 100 $^{\circ}$ C, 邻苯二甲酸二壬酯 (DNP), 最高使用温度 150 $^{\circ}$ C。

b. 液相载荷量: 有机皂土为 3%; DNP 为 2.5%。

c. 涂渍固定液的方法: 静态法。根据担体的重量称取一定量的有机皂土, 溶解在苯 (2.3.2) 中, 待完全溶解后倒入担体, 使担体全部浸没在溶液中, 轻轻摇动容器, 让溶剂慢慢均匀挥发, 待溶剂全部挥发后即涂渍完毕。DNP 用丙酮溶解后, 涂渍步骤同有机皂土。

3.4.5 色谱柱的填充方法: 不锈钢管柱的一端用玻璃棉和铜网塞住, 接真空泵 (泵前装有干燥塔), 柱的另一端通过软管接漏斗, 将固定相慢慢通过漏斗装入色谱柱内。在装填固定相的同时开动真空泵抽气。固定相在色谱柱内应均匀紧密填充。先将 3% 有机皂土/101 按总重量的 35% 装入色谱柱, 然后将 2.5% DNP/101 按总重量的 65% 装入柱内, 装填完后用玻璃棉和铜网塞住色谱柱的另一端。

3.4.6 色谱柱的老化: 将装好的色谱柱 DNP 一端接在进样口上, 另一端不要联接检测器, 用较低的载气流速通入氮气, 慢慢地 (在 1 h 内) 将柱箱温度提高至 90 $^{\circ}$ C, 在此温度老化 8 h, 在老化过程中注入较浓的混合标准溶液。

3.4.7 柱效能和分离度: 在给定的条件下, 色谱柱总的分离度大于 0.7。

3.5 检测器

3.5.1 类型: 氢焰离子化检测器。

3.5.2 检测器极化电压 +250 V, 使用单焰工作。

3.6 试样预处理时使用的仪器

3.6.1 超级恒温水浴。

3.6.2 康氏电动振荡机, 振荡次数不小于 200 次。需在机上自配水槽一个 (有进、出水口, 并有 100 mL 注射器固定夹)。

3.6.3 100 mL 医用全玻璃注射器。

3.6.4 封诸 100 mL 注射器 (3.6.3) 用胶帽若干。

4 样品

4.1 样品的性质

4.1.1 样品名称: 工业废水、地表水。

4.1.2 样品状态: 液体。