



中华人民共和国国家标准

GB/T 13194—1991

水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯 二硝基甲苯的测定 气相色谱法

Water quality—Determination of nitrobenzene,
mononitrotoluene (MNT), nitrochlorobenzene and
dinitrotoluene (ONT) —Gas chromatography

1991-08-31 发布

1992-06-01 实施

国家环境保护局 发布

水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯
二硝基甲苯的测定
气相色谱法

GB/T 13194—1991

Water quality—Determination of nitrobenzene,
mononitrotoluene (MNT), nitrochlorobenzene and
dinitrotoluene (DNT) —Gas chromatography

1 适用范围

1.1 本标准适用于地表水、工业废水和地下水中硝基苯、硝基甲苯 (o-MNT、m-MNT、p-MNT)、硝基氯苯 (m-硝基氯苯、p-硝基氯苯、o-硝基氯苯)、二硝基甲苯 (2, 6-DNT、2, 5-DNT、2, 4-DNT) 2, 4-二硝基氯苯的测定。

1.2 本方法是将水样用 H_2SO_4 酸化 (或酸化、蒸馏)、苯萃取后用带电子捕获检测器的气相色谱法测定。

1.3 本方法最低检出浓度 ($\mu g/L$): 一硝基苯类为 0.2; DNT 类为 0.3。

样品中的有机氯农药 (六六六、滴滴涕)、卤代烃 (如三氯甲烷等) 在电子捕获检测器上也有响应, 因保留时间不同, 对方法无干扰; 利用一硝基苯类化合物 (1.1) 能随水蒸气同时蒸发的特点, 采用“蒸馏—苯萃取法” (见 4.3.1.2), 可使干扰物质 (不易随水蒸气同时蒸发的) 被除掉或大量减少。

2 试剂和材料

2.1 载气: 氮气, 纯度 99.99%, 含氧量小于 5 ppm。

2.2 配制标准样品和试样预处理时的试剂和材料:

2.2.1 苯: 分析纯, 在色谱分析条件下无干扰峰出现, 否则应经全玻璃蒸馏器进行重蒸馏。

2.2.2 实验用水: 蒸馏水再经苯 (2.2.1) 洗涤。

2.2.3 无水硫酸钠 (Na_2SO_4): 在 300 °C 烘箱中烘烤 4 h, 置于干燥器中冷却至室温, 装入玻璃瓶。

2.2.4 色谱标准物:

2.2.4.1 硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯七种一硝基苯类化合物, 纯度均 >99%。

2.2.4.2 二硝基甲苯类: 2, 4-DNT、2, 6-DNT、2, 5-DNT、3, 5-DNT、2, 4-二硝基氯苯, 纯度均为 99%。

2.2.5 储备溶液:

称取标准物 (2.2.4) 各 100 mg, 准确至 1 mg, 分别置于 100 mL 容量瓶中, 用苯 (2.2.1) 溶解, 定容至 100 mL, 在 4 °C 下避光储存, 可保存半年。

2.2.6 中间溶液:

2.2.6.1 一硝基苯类: 用 1 mL 无分度移液管取一硝基苯类七种储备溶液 (2.2.5) 各 1 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用苯 (2.2.1) 稀至刻度。

2.2.6.2 二硝基甲苯类: 用 1 mL 无分度移液管取二硝基甲苯储备溶液 (2.2.5) (2, 6-DNT, 2, 5-DNT、2, 4-DNT、3, 5-DNT、2, 4-二硝基氯苯) 各 1 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用苯 (2.2.1) 稀释至刻度。

2.2.7 气相色谱分析用标准工作溶液:

根据 GC 检测器的灵敏度及线性要求,用苯(2.2.1)分别稀释中间溶液(2.2.6.1)和(2.2.6.2),各制配成几种不同浓度的标准工作溶液,在 4℃ 避光储存,两个月内有效。

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 3.5 条。

2.3.2 涂渍固定液所用溶剂:三氯甲烷或二氯甲烷,均为分析纯。

3 仪器

3.1 仪器主件和主要部件:带电子捕获检测器气相色谱仪;与仪器匹配的记录仪或专用数字微处理机等。

3.2 控制载气流量的压力表及流量计。

3.3 全玻璃系统进样器。

3.4 检测器类型:ECD,采用⁶³Ni 放射源或高温³H 放射源。

3.5 色谱柱:硬质玻璃柱,长 1.8~2.0 m;内径 2.5~3.5 mm。

3.5.1 色谱柱类型:填充柱。

3.5.1.1 载体:Chromosorb WHP 80~100 目(或 60~80 目)。

3.5.1.2 固定液:

a. PEGA(己二酸乙二醇聚酯),最高使用温度为 220℃。

b. FFAP,最高使用温度为 270℃。

3.5.2 涂渍固定液的方法:静态法。

3.5.3 色谱固定相:

3.5.3.1 柱 a:5%PEGA Chromosorb WHP 80~100 目。

3.5.3.2 柱 b:5%FFAP Chromosorb WHP 80~100 目。

3.5.4 色谱柱的老化:

3.5.4.1 柱 a(3.5.5.1):在不通氮气流下加温 100℃,6 h;在氮气流(20~30 mL/min)下,分别连续在 120℃ 老化 4 h、170℃ 老化 8 h 和 210℃ 老化 8 h。

3.5.4.2 柱 b(3.5.5.2):在不通氮气流下加温 100℃ 老化 24 h,然后在 230℃ 通氮气(20 mL/min)老化 24 h。

3.5.5 色谱柱的柱效能和分离度:

在给定条件下,色谱柱总的分离效能大于 0.9。

3.6 试样预处理时使用的仪器和试剂:

3.6.1 样品瓶:1 000 mL 具塞磨口玻璃瓶。

3.6.2 分液漏斗:100 mL、500 mL。

3.6.3 全玻璃蒸馏装置:500 mL 蒸馏瓶和与之配套的冷凝管及磨口弯管接口。

3.6.4 微量注射器:10 μL、5 μL。

3.6.5 具塞磨口离心管:5 mL。

3.6.6 无水硫酸钠干燥柱:内径 0.6~0.8 cm,带活塞玻璃柱,内装填 2 g 无水硫酸钠(2.2.3),柱下端用玻璃棉固定。

3.6.7 玻璃棉:经硅烷化。

3.6.8 硫酸(1+3):所用水为(2.2.2)。

4 样品

4.1 样品性质