

中华人民共和国国家标准

水源水中苯系物卫生检验标准方法 气相色谱法

GB 11937—89

Standard method for hygienic examination of benzenes
in drinking water sources — Gas chromatography

1 主题内容和适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定水源水中的苯系物。

本标准适用于水源水中苯系物的测定。若取 100 mL 水样,本法最低检测浓度为 0.020 mg/L,最佳线性范围为 0.02~1.0 mg/L。

2 原理

水中苯系物经二硫化碳萃取后,如果含有醇、酯、醚等干扰物质,可再用硫酸-磷酸混合酸除去。最后用气相色谱仪氢火焰检测器测定。其出峰顺序为:苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯。以相对保留时间定性,外标法或内标法(氯苯内标物)定量。

3 试剂

3.1 苯系物标准贮备溶液:准确称取苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯和苯乙烯各 20 mg,分别置于 10.0 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度。此溶液 1.0 mL 含 2.0 mg 苯系物。

3.2 苯系物混合标准使用液:分别吸取苯系物标准贮备溶液(3.1)于同一容量瓶中,用纯水稀释 100 倍,此溶液 1.0 mL 含 20 μ g 苯系物,用时现配。

3.3 二硫化碳:气相色谱法测定时不得检出苯系物,若市售试剂不合要求,可按下述方法纯化。

纯化方法:

将混合液〔浓硫酸:二硫化碳:浓硝酸=25:100:25(按体积比)〕置于梨形分液漏斗摇动并时时放气,静止分层,取二硫化碳层用气相色谱法测试是否会检出苯系物,如仍含有,则按上法再处理,直至检不出苯系物为止。

重蒸馏是使二硫化碳与高沸点的硝基苯系物分离,收集沸点为 47℃ 的蒸出液,至剩余 20~30 mL 时停止(蒸干易爆炸)。

3.4 甲醇(优级纯)。

3.5 无水硫酸钠,在 300℃ 灼烧 2 h 备用。

3.6 氯化钠(分析纯)。

3.7 混合酸:硫酸-磷酸 2+1。

3.8 盐酸溶液(0.1 mol/L):取 8.3 mL 浓盐酸用纯水稀释到 100 mL。

3.9 固定液:有机皂土;

邻苯二甲酸二壬酯(DNP,分析纯)。

3.10 载体:101 白色担体(60~80 目)。

中华人民共和国卫生部 1989-09-21 批准

1990-07-01 实施

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪。
 - 4.1.1 氢火焰离子化检测器。
 - 4.1.2 固定相:3.5%有机皂土+2.5%DNP固定液涂于60~80目101白色担体。
 - 4.1.3 色谱柱:长3 m,内径2.5 mm螺旋形不锈钢柱。
- 4.2 振荡器。
- 4.3 100 mL分液漏斗。
- 4.4 5.0 mL刻度具塞试管。
- 4.5 100 mL、10 mL容量瓶。
- 4.6 双磨口玻璃瓶5 mL、10 mL。
- 4.7 离心机。
- 4.8 微量注射器10 μ L、5 μ L。

5 采样

将水样采集在具有磨口塞玻璃瓶中。

6 分析步骤

6.1 萃取与净化

6.1.1 洁净的水样取100 mL于100 mL分液漏斗中,加盐酸调节pH呈酸性,加2~4 g氯化钠,溶解后,加5.0 mL二硫化碳(3.3)于振荡器上振摆3 min,静止分层,弃去水相,萃取液经无水硫酸钠(3.5)脱水后,供色谱分析。

6.1.2 污染较重的水样(如果水样混浊,可离心后取上清液,若含量超过1.0 mg/L可取适量水样稀释)按6.1.1萃取后,于萃取液中加入0.5~0.6 mL混合酸(3.7)开始缓缓振摇,然后剧烈振摇1 min(注意放气),分层后弃去酸液。反复萃取至酸层无色为止。最后用2%硫酸钠和蒸馏水洗萃取液至中性,并经过无水硫酸钠(3.5)脱水,供色谱仪分析。

6.2 色谱分析

6.2.1 色谱条件

- 6.2.1.1 检测器温度160 $^{\circ}$ C。
- 6.2.1.2 气化室温度250 $^{\circ}$ C。
- 6.2.1.3 柱温70 $^{\circ}$ C。
- 6.2.1.4 载气流量:选择分辨率的要求为 $R_{1/2} > 1.0$ 。
- 6.2.1.5 氢气流量70 mL/min。
- 6.2.1.6 空气流量500 mL/min。

6.2.2 测定

取1.0 μ L或4.0 μ L萃取液进样后,记录色谱峰高或峰面积。

6.2.3 绘制标准曲线(或者内标校准曲线):在线性范围内,分别取苯系物混合标准溶液(氯苯内标物)0,0.1,0.5,1.5,2.0,4.0,5.0 mL(3.2)于100 mL分液漏斗中用蒸馏水稀释至100 mL,然后按6.1.1或6.1.2步骤萃取。将上述不同浓度萃取溶液注入色谱仪,测得峰高或峰面积,根据内标物与苯系物的峰高或峰面积的比值为纵坐标,以苯系物组分浓度为横坐标,绘制各组分的校准曲线。

6.3 色谱图的考察

6.3.1 标准色谱图见下图。