

# 中华人民共和国国家标准

## 水源水中氯苯系化合物卫生检验标准方法 气相色谱法

GB 11938—89

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

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定水源水中氯苯系化合物。

本标准适用于水源水中氯苯系化合物的测定。本法的最低检测浓度六氯苯为 0.02  $\mu\text{g/L}$ ，二氯苯为 1.2  $\mu\text{g/L}$ 。测量范围六氯苯为 0.02~20  $\mu\text{g/L}$ ，二氯苯为 1.2~1 000  $\mu\text{g/L}$ 。

### 2 原理

用石油醚提取水中氯苯系化合物，经净化后，用气相色谱(电子捕获检测器)法分离、测定。本法适用于对二氯苯、间二氯苯、邻二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯、五氯苯、六氯苯等十一种化合物的定量分析。

### 3 试剂或材料

本法使用的溶剂、试剂应不含干扰物质，使用前需测定空白值。

3.1 石油醚：沸程 30~60℃。

3.2 浓硫酸。

3.3 无水硫酸钠，粒状。

3.4 苯。

3.5 异辛烷。

3.6 氯化钠。

3.7 硫酸钠溶液(2%)：称取 20.0 g 硫酸钠(3.3)，溶于纯水中，稀释至 1 000 mL。

3.8 氯苯系化合物标准贮备液：称取对二氯苯、间二氯苯、邻二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯、五氯苯、六氯苯各 100 mg 分别置于 100 mL 容量瓶中，加异辛烷溶解后，并稀释至 100 mL；此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 各氯苯化合物(六氯苯先用少量苯溶解)。

3.9 氯苯系化合物中间溶液：用异辛烷分别稀释 10.0 mL 二氯苯贮备液至 100 mL，配成 1.00 mL 含 100  $\mu\text{g}$  二氯苯；稀释 1.0 mL 三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯贮备液至 100 mL，配成 1.00 mL 含 10.0  $\mu\text{g}$  三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯。

3.10 气相色谱用的混合标准使用液：根据检测器的灵敏度及线性要求，用石油醚配制相适应浓度的混合标准使用溶液。

3.11 固定相：把 2% 有机皂土 + 2% DC-200 涂渍在上试 101 白色担体上(硅烷化 80~100 目)或 chromosorb W 上(AW-DMCS 60~80 目)。

## 4 仪器或设备

- 4.1 气相色谱仪。
  - 4.1.1 电子捕获检测器:氘或镍-63。
  - 4.1.2 色谱柱:长 2 m,内径 3 mm 硬质玻璃。
- 4.2 微量注射器:10  $\mu$ L。
- 4.3 分液漏斗:500 mL。
- 4.4 KD 浓缩器。

## 5 采样

将水样采集在具磨口塞的玻璃瓶中。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品处理

- 6.1.1 提取:取 250 mL 水样,置于 500 mL 分液漏斗中,加 5 g 氯化钠(3.6),溶解后,再加入 20 mL 石油醚(3.1),振摇,时时放气,然后置于振荡器上振摇 10 min,取下分层,放出水层。
- 6.1.2 净化:提取液中加 2.5 mL 浓硫酸(3.2),轻轻振摇(防止发热,注意时时放气),静置分层,放出硫酸层。重复上述操作,直至硫酸层无色为止。加入 25 mL 2% 硫酸钠溶液(3.7),振摇洗去残留硫酸,静置分层,放出水层。石油醚经无水硫酸钠(3.3)脱水,收集石油醚层于 KD 浓缩器(4.4)浓缩至 1.0 mL 或依检测器灵敏度选择浓缩的体积供色谱分析。

### 6.2 气相色谱分析

#### 6.2.1 色谱条件

- 6.2.1.1 载气:高纯氮,40~60 mL/min。
- 6.2.1.2 气化室温度:160 $^{\circ}$ C。
- 6.2.1.3 检测器温度:160 $^{\circ}$ C。
- 6.2.1.4 柱箱温度:120 $^{\circ}$ C。
- 6.2.1.5 进样量:1~5  $\mu$ L。

6.2.2 色谱分析:取上述浓缩样品注入色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,用保留时间确定水中氯苯系化合物。根据峰高,从校准曲线上查出氯苯系化合物的含量。

6.2.3 校准曲线的绘制:将一系列混和标准使用液注入色谱仪,制备各种化合物的校准曲线。

### 6.3 色谱图考察

6.3.1 标准色谱图见下图。