

中华人民共和国国家标准

水质 五氯酚的测定 气相色谱法

UDC 614.777
:543.06

GB 8972—88

Water quality—Determination
of pentachlorophenol
—Gas chromatography

1 适用范围

本标准规定了测定水中五氯酚及其钠盐的气相色谱法。适用于地面水中五氯酚的分析测定。水样为50mL时,最小检出浓度为0.04 μ g/L。

2 原理

本标准采用首先净化在酸性条件下,将水样中的五氯酚钠转化为五氯酚,用正己烷萃取,再用0.1mol/L的碳酸钾溶液反萃取,使五氯酚再转化为五氯酚盐进入碱性水溶液中,使五氯酚与水样中的氯代烃类(如六六六,DDT等)、多氯联苯类(PCB)分离,消除干扰。然后衍生反应,在碱性溶液中加入乙酸酐与五氯酚盐进行乙酰化反应。最后用正己烷萃取生成的五氯苯乙酸酯。用备有电子捕获检测器的气相色谱仪进行分析测定。

3 试剂和材料

3.1 载气

氮气,高纯(99.999%),用5Å分子筛净化管净化。

3.2 试剂

本法所用试剂除指明者外,均为分析纯。

3.2.1 五氯酚 C_6Cl_5OH ,化学纯。

3.2.2 五氯苯乙酸酯,色谱纯。

3.2.3 正己烷,正己烷经色谱测定无干扰峰,如有干扰峰存在,用全玻璃蒸馏器重新蒸馏,收集67.8~69.8℃的馏分。

3.2.4 乙酸酐 $(CH_3CO)_2O$ 。

3.2.5 浓硫酸 H_2SO_4 , $d = 1.84$ 。

3.2.6 碳酸钾 K_2CO_3 ,使用时配制成0.1mol/L的溶液。

3.2.7 氢氧化钾KOH。

3.2.8 二氯甲烷 CH_2Cl_2 。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,备有电子捕获检测器,放射源 ^{63}Ni 或 3H 。

4.2 进样器,10 μ L微量注射器。

4.3 色谱柱。

4.3.1 色谱柱类型:

国家环境保护局1988-03-26批准

1988-08-01实施

硬质玻璃填充柱，长1.5~2.5m，内径3~4mm。

4.3.2 填充物

4.3.2.1 载体chromosorb W. HP, 80~100目。

4.3.2.2 固定液

OV-17 (含苯基的聚甲基硅氧烷) 最高使用温度300℃。

QF-1 (聚氟代烷基硅氧烷) 最高使用温度250℃。

4.3.2.3 液相载荷量

1.5% OV-17 + 2% QF-1

4.3.2.4 涂渍固定液的方法

在千分之一天平上称量占涂渍好担体重量1.5%的OV-17和占涂渍好担体重量2%的QF-1置于小烧杯中，用二氯甲烷溶解，其量需足够浸没担体，将溶液转移至250mL的圆底烧瓶中，加入称量好的欲涂渍的担体，接上冷凝管，用电热套加热回流2h。然后，将烧瓶置温水浴上，用水泵减压，使溶剂慢慢挥发。最后，将担体放在培养皿中，用红外灯烤干备用。

4.3.3 填充色谱柱

4.3.4 柱子的老化

将填好的色谱柱接在仪器进样口上，另一端不接，用较小载气流通气，柱烘箱维持240℃，老化48h。使用前检查，以基线走直为止。

4.4 检测器

电子捕获检测器，具有 ^{63}Ni 或 ^3H 放射源。

4.5 记录器

能与气相色谱仪匹配的记录仪。

5 样品

5.1 采样方法和贮存方法

所采样品为地面水。待测物五氯酚不稳定，在阳光直接照射下易分解。因此，采用时用棕色玻璃瓶收集水样，每100mL水样中加入1mL 10%的硫酸溶液和0.5g硫酸铜，放在暗处，4℃下保存。如需保存超过24h，可将五氯酚萃取到正己烷中，置于暗处，4℃下存放。

5.2 试样的预处理

取均匀水样50mL置于125mL分液漏斗中，加入1mL浓硫酸，分别各用5mL正己烷萃取水样两次，合并正己烷相，弃去水相。再用0.1mol/L碳酸钾溶液10mL，分为5mL；3mL；2mL提取正己烷相三次，合并水相于50mL分液漏斗中，加入0.5mL乙酸酐，振摇2min后再用2mL正己烷萃取生成的五氯苯乙酸酯，有机相收集在5mL离心管中待分析测定。

6 操作

6.1 测定条件

汽化室温度：220℃；

柱烘箱温度180℃，不超过240℃；

检测器温度：220℃，250℃，根据不同放射源决定使用温度，检测器出口导出室外。

载气流速：40~60mL/min；

记录仪纸速：5mm/min；

记录仪衰减：根据基线和样品中被测物含量调节衰减。

6.2 校准

6.2.1 标准样品的制备

配制五氯苯乙酸酯(PCP-OAC)标准储备液，称取0.1157g五氯苯乙酸酯标准物，用正己烷

溶解并稀释至100mL。该溶液浓度相当含五氯酚1mg/mL。使用时根据测定的线性范围，用正己烷稀释，配制成系列浓度的标准溶液。

6.2.2 标准样品的使用

6.2.2.1 色谱测定使用的标准样品，进样后出单一峰，没有其他物质干扰。

6.2.2.2 每次分析样品时，都要对标准样品进行校准。

6.2.2.3 标准样品进样体积与被测样品进样体积相同，并要在同一次分析中进行。

6.2.2.4 在使用外标法时，标准样品的响应值应与被测物的响应值接近。

6.2.3 方法校准与计算

采用标准曲线法或外标法。

6.2.3.1 标准曲线法

a. 标准曲线的绘制

用五氯苯乙酸酯标准储备溶液，按标准曲线的线性范围（ 10^2 ），用正己烷配一系列浓度的标准溶液、用微量注射器进样 $1\mu\text{L}$ 或 $2\mu\text{L}$ 。以测得的峰高或峰面积为纵坐标，五氯酚浓度为横坐标，绘制标准曲线。

b. 计算

$$C_{\text{样}} = \frac{1}{K} \cdot C_{\text{标}}$$

$C_{\text{样}}$ ——水样五氯酚浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$C_{\text{标}}$ ——由标准曲线查出对应的五氯酚浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

K ——水样浓缩倍数（所取水样与水样衍生萃取后体积之比，本方法 $K = 25$ ）。

6.2.3.2 外标法

$$C_{\text{样}} = \frac{1}{K} \cdot \frac{H_{\text{样}} \cdot C_{\text{标}}}{H_{\text{标}}}$$

$C_{\text{样}}$ ——水样五氯酚浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$C_{\text{标}}$ ——标准样品五氯酚浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$H_{\text{样}}$ ——水样测得峰值（峰高或峰面积）；

$H_{\text{标}}$ ——标准样品测得峰值（峰高或峰面积）；

K ——水样浓缩倍数（所取水样与水样衍生萃取后体积之比，本方法 $K = 25$ ）。

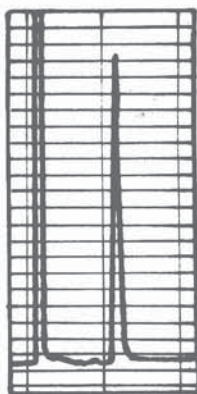
6.3 试验

6.3.1 进样：按测定条件，将经过预处理的样品用微量注射器进样。

6.3.2 进样量： $1 \sim 2\mu\text{L}$ 。

6.3.3 色谱图的考察。

标准色谱图



五氯酚标准溶液色谱图

7 结果的表示

7.1 定性结果

7.1.1 根据标准溶液色谱图保留时间值确定水样中的五氯酚。

7.1.2 鉴定的辅助方法,用另一根不同的色谱柱进行分析,可以辅助鉴定被测成分。

7.2 定量结果

7.2.1 按计算公式计算出水样中五氯酚浓度,用浓度表示定量结果。单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

7.2.2 精密度:样品中五氯酚浓度小于 $2\mu\text{g/L}$,再现性变异系数小于9%,重复性变异系数小于6%。

7.2.3 准确度:样品中五氯酚浓度小于 $2\mu\text{g/L}$ 时,回收率大于90%,准确度变异系数小于12%。

7.2.4 检测限:气相色谱仪在灵敏度最大时,按噪音的2倍估计方法检测限,或按公式计算求得。本方法最小检测限为 10^{-12}g 。

附加说明:

本标准由国家环境保护局规划标准处提出

本标准由铁道部劳动卫生研究所起草

本标准主要起草人张洁芬。

本标准委托铁道部劳动卫生研究所负责解释。

