

6.2 色谱分析

6.2.1 色谱条件选择:

6.2.1.1 氦铈源检测器:同 4.1.1.1。

6.2.1.2 载气流量:选择达到合适分辨率的流量。

6.2.2 取 2 mL 上述浓缩液注入色谱仪,记录色谱峰高或峰面积,从校准曲线上分别查出二硝基苯类和硝基氯苯类化合物的各组分浓度。

6.2.3 校准曲线的绘制:分别吸取各标准溶液 2 mL 注入色谱仪,以测得的峰高或面积为纵坐标,二硝基苯类和硝基氯苯类异构体的浓度为横坐标。分别绘制校准曲线。

6.3 色谱图的考察

6.3.1 标准色谱图见图 2。

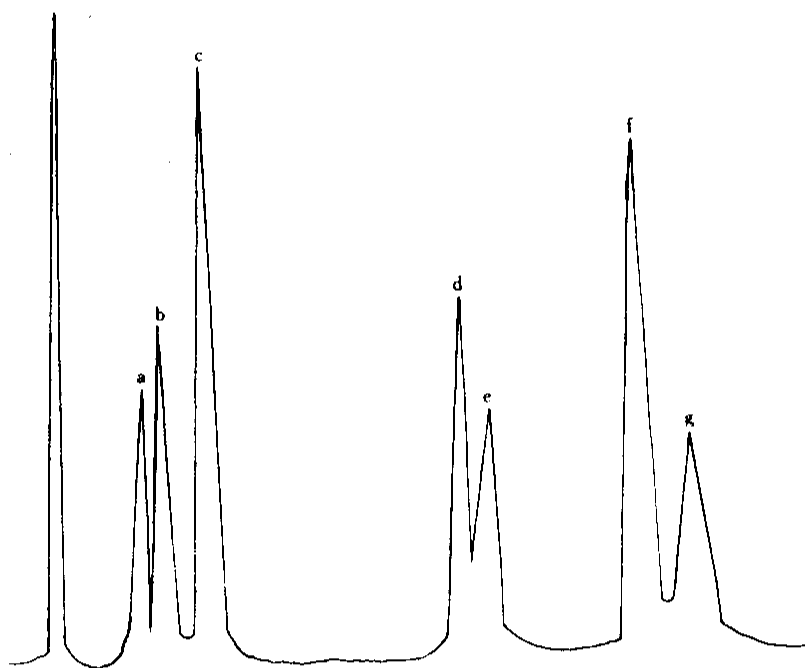


图 2 二硝基苯类、硝基氯苯类化合物色谱图

6.3.2 色谱条件见 6.2.1。

6.3.3 出峰顺序:间硝基氯苯、对硝基氯苯、邻硝基氯苯、对二硝基苯、间二硝基苯、邻二硝基苯、2,4-二硝基氯苯。

6.3.4 保留时间

a.	间硝基氯苯	1min30s
b.	对硝基氯苯	1min41s
c.	邻硝基氯苯	2min
d.	对二硝基苯	10min25s
e.	间二硝基苯	10min56s
f.	邻二硝基苯	15min47s
g.	2,4-二硝基苯	17min55s

中华人民共和国国家标准

水源水中二硝基苯类和硝基氯苯类卫生检验 标准方法 气相色谱法

GB 11939—89

Standard method for hygienic examination of dinitrobenzene
and nitrochlorobenzene 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二硝基苯类和硝基氯苯类化合物。

本标准适用于水源水中二硝基苯类和硝基氯苯类化合物的测定。若取 250 mL 水样,最低检测浓度:间硝基氯苯、对硝基氯苯、邻硝基氯苯为 0.04 $\mu\text{g/L}$;对二硝基苯为 0.08 $\mu\text{g/L}$;间二硝基苯为 0.4 $\mu\text{g/L}$;邻二硝基苯为 0.2 $\mu\text{g/L}$;2,4-二硝基氯苯为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 。

2 原理

水中二硝基苯类、硝基氯苯类化合物经溶剂萃取(用苯或苯与乙酸乙酯混合溶剂)或用 GDX-502 聚二乙烯基苯多孔小球吸附,浓缩或直接用电子捕获检测器进行测定。其出峰顺序为 a. 间硝基氯苯;b. 对硝基氯苯;c. 邻硝基氯苯;d. 对二硝基苯;e. 间二硝基苯;f. 邻二硝基苯;g. 2,4-二硝基氯苯。

测定结果用各异构体的含量之和表示。

3 试剂或材料

3.1 苯(重蒸馏)。

3.2 乙酸乙酯。

3.3 GDX-502 聚二乙烯基苯多孔小球(80~100 目)。

3.4 二硝基苯类和硝基氯苯类标准贮备液:准确称取对硝基氯苯、间硝基氯苯、邻硝基氯苯、对二硝基苯、间二硝基苯、邻二硝基苯、2,4-二硝基氯苯各 0.500 0 g,分别用苯溶解。并定容至 50 mL。此溶液 100 mL 含 10.0 mg 二硝基苯类、硝基氯苯类化合物。

3.5 二硝基苯类和硝基氯苯类标准溶液分别稀释成下列浓度。

对硝基氯苯	0	0.025	0.050	0.075	0.10 $\mu\text{g/mL}$
间硝基氯苯	0	0.025	0.050	0.075	0.10 $\mu\text{g/mL}$
邻硝基氯苯	0	0.025	0.050	0.075	0.10 $\mu\text{g/mL}$
对二硝基苯	0	0.050	0.10	0.15	0.20 $\mu\text{g/mL}$
间二硝基苯	0	0.50	1.0	1.5	2.0 $\mu\text{g/mL}$
邻二硝基苯	0	0.25	0.50	0.75	1.0 $\mu\text{g/mL}$
2,4-二硝基氯苯	0	0.25	0.50	0.75	1.0 $\mu\text{g/mL}$

3.6 二硝基苯类和硝基氯苯类混合标准溶液:按二硝基苯类、硝基氯苯类标准的各组分的线性范围,配成不同浓度的混合标准溶液。

中华人民共和国卫生部 1989-09-21 批准

1990-07-01 实施

3.7 固定相。

3.7.1 固定液:丁二酸二乙二醇聚酯(DEGS)。

3.7.2 载体:chromosorb-W 担体(60~80 目)。用 5% 溴化钾溶液浸泡半小时,过滤,烘干。

4 仪器或设备

4.1 气相色谱仪。

4.1.1 电子捕获检测器。

4.1.1.1 氚钨源检测器:柱温 160℃;气化室温度 200℃;检测器温度 200℃。

4.1.2 固定相:5% 丁二酸二乙二醇聚酯为固定液涂在 chromosorb-W 担体(60~80 目)上。

4.1.3 色谱柱:长 2 m,内径 3 mm 的硬质玻璃管。

4.2 500 mL 分液漏斗。

4.3 50 mL 容量瓶。

4.4 KD 浓缩器。

4.5 5 mL 微量注射器。

4.6 吸球。

4.7 玻璃吸附管按图 1 要求自制。

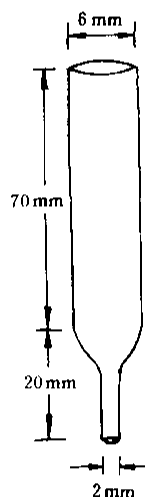


图 1 玻璃吸附管

4.8 玻璃棉。

5 采样

将水样采集在具有磨口塞的玻璃瓶中。

6 分析步骤

6.1 萃取或吸附

6.1.1 萃取:取 250 mL 水样,置于 500 mL 分液漏斗中,加入 50 mL 乙酸乙酯振摇 5 min,静置分层。分出乙酸乙酯层,再加入 20 mL 苯,振摇 5 min。静置分层后将苯层分出,将乙酸乙酯与苯合并。加 1 g 无水硫酸钠脱水,在 70℃ 水浴上减压浓缩至 1.0 mL 供测定用。

6.1.2 吸附:取 250 mL 水样,置于 500 mL 分液漏斗中,连接好吸附装置。然后以 3 mL/min 的流速进行抽滤。抽滤结束后,取下吸附柱。用吸球吹去柱内残留的水,加入 1.0 mL 苯洗脱,收集洗液于 KD 浓缩瓶中。定容至 1.0 mL,供测定用。