

水中微量芳烃化合物的浓缩及气相色谱分析

郭绍春

(兰州化学工业公司化工研究院)

水中有机化合物的浓度通常极低，往往需经富集，方可分析。富集的方法有溶剂直接萃取法(1)，汽提蒸馏法(2)，液上气体分析法(3)和吸附—解吸法等。吸附—解吸法中常用的吸附剂有活性炭，多孔聚合物微球(如Tenax)及树脂(如XAD-2)。解吸法多用热解吸方法，应用溶剂解吸法者不多。

本文采用国产GDX-301为吸附剂，环己烷为脱附剂，富集水中的痕量芳烃，浓缩产物用气相色谱法，毛细管柱程序升温分离，用氢火焰检测器检测。

实验部分

仪器：美国HP5840A气相色谱仪；色谱柱：12m×φ0.2mm石英玻璃毛细管柱，固定液为甲基硅醚(聚乙二醇20M去活)。

操作条件：

程序升温：温度50℃，3min，升温速率8℃/min 温度100℃，时间根据色谱分析具体情况设定；检测器和汽化温度：250℃；纸速：1cm/min；衰减3↑；进样量2ml；载气：N₂；柱压：3.923×10⁴Pa载气；流速A：78.4ml/min；补偿气流速B：29.2ml/min；空气流速：240ml/min；氢气流速：30ml/min；分流比：62.3。

操作步骤：在90×4.5×3mm的玻璃管底端塞入一小团玻璃纤维，抖动下装入约0.1g GDX-301。装好后，顶端再填入一小团玻璃毛，大约留下20mm高的空隙，将此吸附管在惰性气体保护下(Ar₂或N₂)，于200±5℃活化1.5小时，冷却待用。为避免管线带来污染，直接将吸附管上端放入待测水样中，另一端通过管线接到抽滤瓶上，抽滤瓶连接水泵，以大约3ml/min的速度使待测水样流经吸附管，水样全部流完后，再抽几秒钟，取下吸附管，在吸附管的空端慢慢加入一定量的环己烷，让其自然流出，用小瓶接受流出物，进行气相色谱分析。

结果和讨论

用二步稀释法配制几组水溶液，每组均含甲

苯，对二甲苯及邻二甲苯各0.16, 0.08和0.04ppm，分别按上述步骤完成浓缩试验，洗脱的环己烷溶液色谱如图1，环己烷本底如图2，新配制的外标溶液谱图如图3。

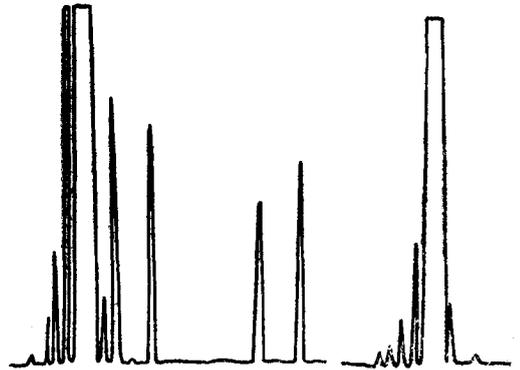


图1 0.16ppm标准液浓缩后谱图 图2 环己烷谱图

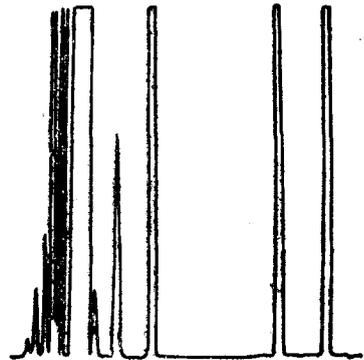


图3 外标溶液图

由公式 $n = \frac{A_i}{A_s} \cdot \frac{C_s}{C_o}$ 算出的浓缩倍数如表1

所示。式中，n，浓缩倍数；A_i，浓缩后i物质的峰面积(mm²)；A_s，标准物的峰面积(mm²)；C_s，标准物的浓度(ppm)；C_o，浓缩前i物质的浓度(ppm)。

多次实验发现，当淋洗体积约为0.5ml时，淋洗得到最大浓度(即最大出峰面积)，如图4示意图，用1ml环己烷即可解吸完全。

接受1ml环己烷洗脱液，测定其峰面积，换

表 1 不同浓度标准物质的浓缩倍数

| 化合物 实验号 | 甲 苯 | | | 对二甲苯 | | | 邻二甲苯 | | |
|------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | I | II | III | I | II | III | I | II | III |
| Co | 0.16 | 0.08 | 0.04 | 0.16 | 0.08 | 0.04 | 0.16 | 0.08 | 0.04 |
| Cs | 400 | 400 | 400 | 400 | 400 | 400 | 400 | 400 | 400 |
| As | 3223 | 2882 | 2797 | 2989 | 2707 | 2623 | 2999 | 2716 | 2642 |
| Ai | 969 | 375 | 291 | 942 | 358 | 312 | 1032 | 438 | 384 |
| n | 752 | 651 | 1040 | 788 | 681 | 1189 | 910 | 806 | 1453 |

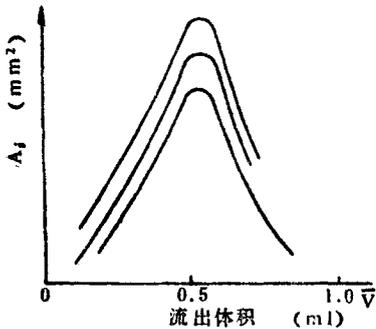


图 4 流出体积和峰面积关系图

算为浓缩前后物质重量之比, 计算回收率如表 2 所示。

$$\text{回收}\% = \frac{A_i}{A_s} \cdot \frac{C_s}{C_o} \cdot \frac{\bar{V}_2}{\bar{V}_1} \times 100$$

式中: \bar{V}_1 , 浓缩前体积; \bar{V}_2 浓缩后体积。

从表 1 和表 2 结果可见, 本法对痕量杂质的浓

表 2 不同浓度的回收率

| 实验序号 化 合 物 | I | | | II | | | III | | |
|---------------|------|------|-------|------|------|------|------|------|------|
| | 甲苯 | 对二甲苯 | 邻二甲苯 | 甲苯 | 对二甲苯 | 邻二甲苯 | 甲苯 | 对二甲苯 | 邻二甲苯 |
| Ai | 636 | 619 | 643 | 159 | 137 | 157 | 380 | 359 | 405 |
| As | 2797 | 2623 | 2642 | 2882 | 2707 | 2716 | 3228 | 2989 | 2999 |
| Co | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.16 | 0.16 | 0.16 |
| 回收 % | 97.2 | 90.7 | 108.2 | 55.2 | 50.6 | 57.8 | 59.0 | 60.1 | 67.5 |

缩, 尤其是pp'级杂质更为适用。

取兰化304厂及303厂污水500ml, 按本法浓缩和分析而得色谱图, 前者谱图中约50多个峰, 后者谱图中约40多个峰(图略)。

本法简单易行、快速, 多次实验表明除溶剂杂质之外, 未发现引入人为的杂质, 本法还可以避免热解吸过程中产生样品和吸附剂的变化, 可见溶剂解吸在一定的条件和需要下也是好用的。

参 考 文 献

- [1] Christoph Osterroht, J. Chromatogr., 101, 289 (1974).
- [2] Z. Voznakova et al., J. Chromatogr. Sci., 16, 123 (1978).
- [3] Rein Otson et al., Anal. Chem., 54, 942 (1982).
- [4] A. K. Burnham et al., Anal. Chem., 44, 139 (1972).

(收稿日期: 1985年6月)

有机磷农药的快速薄层色谱检验

肖学成

(湖南湘潭市卫生防疫站)

有机磷农药由于其广泛使用, 造成中毒的事故时有发生。目前国内有关有机磷农药中毒的快速薄层检验, 从毒检的角度报道甚少。笔者近年来接触5起有机磷农药中毒样品, 均在半小时内报出结果, 有两起中毒样品均在20分钟内确证为甲胺磷。该法简便、快速、准确, 一次能排除7种以上有机磷农药, 在常规毒检中不失为一种较理想的检测手段。

一、原理: 样品中有机磷农药经苯萃取后在硅胶G板上展开、显色, 然后将样品斑点的R_f值与标准比较定性。

二、试剂: 1. 苯; 2. 展开剂: 苯: 甲醇 (9:1); 3. 显色剂: 0.2% 氯化钼溶液, 称取0.2g 氯化钼溶于少量水中, 滴加几滴浓盐酸助溶, 然后用蒸馏水稀释至100ml; 4. 硅胶G; 5. 农药标准: 将各种有机磷农药的纯品(无纯品可用市售商品代替)用苯配制成1.0mg/ml。

三、仪器 1. 玻璃层析槽; 2. 玻璃喷雾器; 3. 玻璃薄层板(5×20cm); 4. 涂布器(用有机玻璃自制); 5. 血色素吸管。

四、步骤: 1. 提取: 称取呕吐物或剩余食
(下转 130 页)