

# 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：N<sub>2</sub>；柱压：3.923×10<sup>4</sup>Pa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(Ar<sub>2</sub>或N<sub>2</sub>)，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。

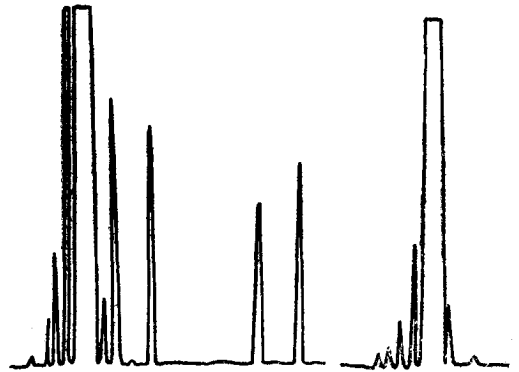


图1 0.16ppm标准液浓缩后谱图 图2 环己烷谱图

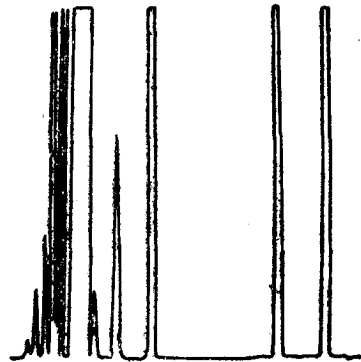


图3 外标溶液图

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<sub>i</sub>，浓缩后i物质的峰面积(mm<sup>2</sup>)；A<sub>s</sub>，标准物的峰面积(mm<sup>2</sup>)；C<sub>s</sub>，标准物的浓度(ppm)；C<sub>o</sub>，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

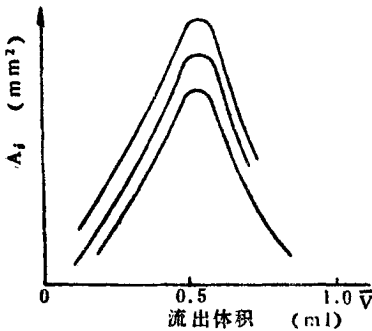


图 4 流出体积和峰面积关系图

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% 氯化钡溶液, 称取 0.2g 氯化钡溶于少量水中, 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)