

# 便携式气相色谱顶空法现场测定水体中的苯系物

许红梅<sup>1</sup>, 俞 杰<sup>2</sup>, 朱丽波<sup>2</sup>, 应红梅<sup>2</sup>, 徐能斌<sup>2</sup>

(1. 绍兴县环境保护监测站, 浙江 绍兴 312000; 2. 宁波市环境保护监测中心站, 浙江 宁波 315012)

**摘 要:**用便携式 GC 在现场对水体中苯系物进行定性、定量,为妥善解决环境污染事故提供技术依据。本方法操作简单,灵敏度高,重复性好、适用范围广,对水中苯系物的最低检出浓度分别为:苯 1.0  $\mu\text{g/L}$ 、甲苯 1.0  $\mu\text{g/L}$ 、二甲苯 1.0  $\mu\text{g/L}$  各组分变异系数均在 4.5%~5.8%,方法精密度较好。本方法可用于应急事故中水道和河网水质中苯系物进行定量。

**关键词:**便携式气相色谱;苯系物;顶空;应急监测

**中图分类号:** O658      **文献标识号:** A      **文章编号:** 1671-8798(2003)S0-0048-02

应急事故中经常有装载化学试剂槽车翻车。高浓度的化学试剂严重威胁附近居民的生命健康,同时对下水道中的通过附近河网流动对附近饮用水源造成威胁。本文用 FFKM301 便携式气相色谱仪分析水道和附近河网水质中苯系物的浓度情况,操作简便,分析快捷,可为应急事故监测现场的决策者及时提供数据,使污染事故得到有效控制。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及试剂

PE FFKM301 气相色谱仪;PID 检测器;A 柱为 8 m  $\times$  0.32 mm BLANK Fused Silica、B 柱为 20 m  $\times$  0.32 mm  $\times$  1.5  $\mu\text{m}$  Supelcowa  $\times$  10(PEG)、C 柱为 1.2 m  $\times$  1.0 mm 1% SP1000 on 60/80 Carboxen B。PE 化学工作站;PE40 mL 顶空瓶。苯、甲苯、和邻、间、对二甲苯的标准溶液为色谱纯。

### 1.2 分析方法

1.2.1 校准曲线的制备:用 100 mL 容量瓶配制一组浓度为 0, 1.0, 10.0, 50.0, 100.0  $\mu\text{g/L}$  的苯、甲苯、二甲苯混合标准水溶液,分别取上述混标溶液 10 mL 准确移入 PE40 mL 顶空瓶中,迅速用涂有聚四氟乙烯的硅橡胶垫和中间有孔的铝帽密封,平衡 20.0 min 后,用微量注射器抽取瓶内液上气体 100  $\mu\text{l}$  迅速进入便携式气相色谱分析,根据顶空瓶内标准样品的加入量和色谱的峰面积绘制校准曲线。

1.2.2 实际样品测定:水样采集后,取 10 mL 准确移入顶空瓶,分析操作步骤同上,以保留时间定性,峰面积定量。

### 1.3 色谱条件

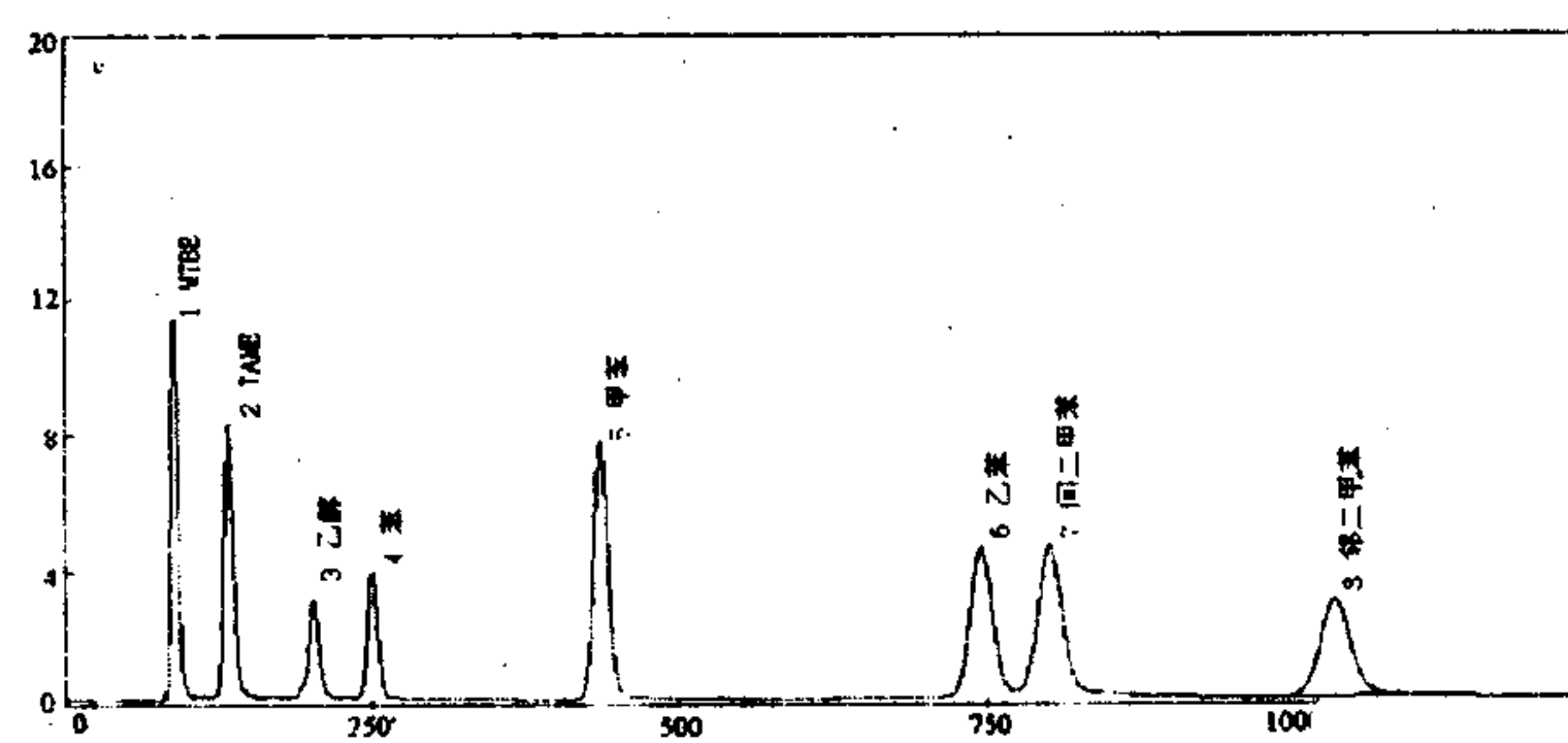


图 1 标准色谱图

收稿日期: 2003-11-15

作者简介: 许红梅(1978-),女,工程师,浙江人,从事环境监测、色谱分析等方面的研究。



色谱柱:B柱,泵抽时间 20.0 S;进样时间 5.0 S,分析时间 1250.0 S,反吹时间 311.0 S;柱温 60℃,光离子化检测器 PID(10.6ev);载气:N<sub>2</sub>,压力 12.0 psi。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱柱的选择

有 A、B、C 三根柱子可用电磁阀切换,分别用于测定轻、中、重组分,其中 B 柱为 20 m × 0.32 mm × 1.5 μm Supelcowa × 10(PEG)适用于苯系物的测定。3 柱的连接方式见图 2

### 2.2 平衡时间的选择

在常温下对相同水样以不同平衡时间进行测定,实验结果表明,平衡时间对苯系物测定结果的影响不大,一般 20 min 左右可达到平衡,故本文平衡时间选用 20 min。

### 2.3 定性、定量方法

仪器的工作站配有各种有机物的标准曲线,平时只要定期对其进行校正,就可以应用。也可以自己制作标准曲线,在事故现场为节约时间可采用单点定位的方法。但对于一些基体复杂的水样,最好采用标准加入法。

### 2.4 方法的精密度及最低检出限

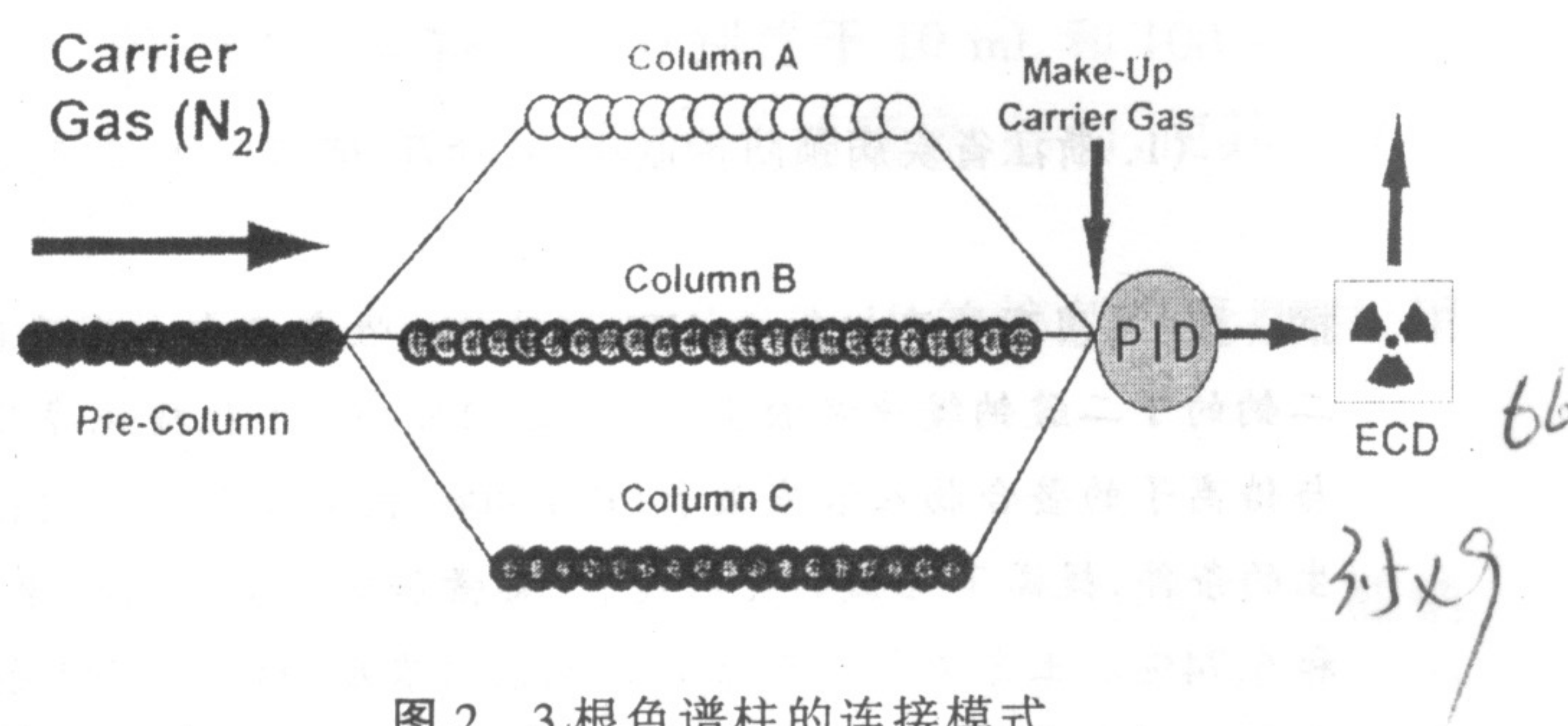
取相同水样平行测定六次,结果的标准偏差在 2.3 ~ 2.9 μg/L 间,变异系数 4.5 ~ 5.8%。以两倍的噪声作为方法的最低检出浓度时,苯系物的最低检出浓度分别为:苯 1.0 μg/L,甲苯 1.0 μg/L,二甲苯 1.0 μg/L。

### 2.5 实际样品的测定

用本方法对某起事故发生后周围河网水中二甲苯浓度进行了监测,结果令人满意。对苯系物含量较高的废水样品可通过水样稀释或改变液上气体进样量,进行测定,方法适用性强。

## 3 结论

通过实验,在常温下用便携式气相色谱顶空进样测定水体中的苯系物,操作简单、灵敏度高、重复性好、适用范围广,特别适宜于应急事故中水和废水中苯系物的监测分析。



## Determination of BTX in Water by Headspace/Portable Digital Gas Chromatographic

XU Hong-mei<sup>1</sup>, YU Jie<sup>2</sup>, ZHU Li-bo<sup>2</sup>, YING Hong-mei<sup>2</sup>, XU Neng-bin<sup>2</sup>

(1. Shaoxing Environmental Monitoring Station, Shaoxing 315012, China;

2. Ningbo Environmental Monitoring center Station, Ningbo 315012, China)

**Abstract:** The analytical method of BTX in Water by Headspace – Portable Digital Gas Chromatograph. By use of the technique, BTX R.S.D were between 4.5% ~ 5.8%, and the minimum detection limit concentrations for BTX were about 0.001 mg/L.

**Key Words:** portable digital gas chromatographic; BTX; Headspace; Lash – up Monitor