

· 监测技术 ·

气相色谱法测定水和废水中氯乙烯方法的探讨

肖娅, 黄桂荣

(泰兴市环境监测站, 江苏 泰兴 225400)

摘要:利用吹扫捕集测量水和废水中氯乙烯,其检出限低,为0.024 $\mu\text{g/L}$,优于目前所用的《生活饮用水卫生规范》中推荐方法(1.0 $\mu\text{g/L}$),结果准确,操作快捷方便,无溶剂污染,干扰少,更能满足环境样品痕量监测的要求。

关键词:氯乙烯;吹扫捕集;毛细管柱;检出限

中图分类号:830.2

文献标识码:B

文章编号:1674-4732(2009)01-0027-02

A Disquisition on Gas Chromatographic Determination of Chloroethylene in Water and Wastewater

XIAO Ya, HUANG Gui-rong

(Taixing Environmental Monitoring Station, Taixing, Jiangsu 225400, China)

ABSTRACT: Detecting chloroethylene by Purge & Trap in water and wastewater, can get the accurate result with low limit of detection/LOD, no solvent pollution and little disturbance. And the operation is also fast and convenient.

KEY WORDS: chloroethylene; Purge & Trap; capillary column; limit of detection/LOD

《地表水环境质量标准》(GB 3838—2002)中集中式生活饮用水地表水源地特定项目氯乙烯的标准限值为5.0 $\mu\text{g/L}$,目前尚无国家标准监测方法。《生活饮用水卫生规范》(中华人民共和国卫生部,2001)^[1]中指定的氯乙烯的测定方法为气相色谱法,其最低检出质量浓度为1.0 $\mu\text{g/L}$;笔者试采用吹扫捕集富集、INNOWAX毛细管柱分析环境样品,方法的最低检出质量浓度为0.024 $\mu\text{g/L}$,能够大大提高方法的灵敏度,更加科学、合理。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

气相色谱仪:安捷伦 6890,具火焰离子化检测器;毛细管柱:30 m \times 0.53 mm, 1Am 19095N-123INNOWAX;吹扫捕集仪:TEKMAR 3100;气密性注射器:5 mL;标准贮备液:200 mg/L,甲醛基质。

1.2 采样

用水样荡洗玻璃采样瓶3次,将水样沿瓶壁缓缓倒入瓶中,不留顶上空间和气泡,样品置于4 $^{\circ}\text{C}$ 无有机气体干扰的区域保存,在采样后2 d内分析。

1.3 实验步骤

1.3.1 色谱条件

柱温:130 $^{\circ}\text{C}$;气化室温度:200 $^{\circ}\text{C}$;检测器温

度:300 $^{\circ}\text{C}$;吹扫流量:7.0 mL/min;燃气:氢气,40 mL/min;助燃气:空气,450 mL/min;分流比10:1。

1.3.2 吹扫捕集条件

吹扫捕集条件见表1。

表1 吹扫捕集条件

样品	解析温度	吹扫时间	烘烤时间	解析预加热温度	烘烤温度	解析时间
室温	180 $^{\circ}\text{C}$	11 min	5 min	180 $^{\circ}\text{C}$	200 $^{\circ}\text{C}$	1 min

1.3.3 标准曲线的绘制

取适量的氯乙烯标准贮备液,用纯水配制质量浓度为0.200,0.400,0.800,1.600,2.000 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液,分别进样。根据保留时间定性、峰面积定量,绘制标准曲线。标准曲线试验数据见表2。

1.3.4 色谱图

氯乙烯测定标准气相色谱图见图1。

收稿日期:2008-10-26

作者简介:肖娅(1968—),女,江苏泰兴人,工程师,学士,长期从事环境监测工作。

表 2 标准曲线试验结果

	1	2	3	4	5
标准贮备液体积/ μL	2.00	4.00	8.00	16.00	20.0
$\rho(\text{标准溶液})/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	0.200	0.400	0.800	1.600	2.000
仪器响应值	10 200	12 614	17 269	27 130	32 087
标准曲线	$y = 7\,700.5 + 12\,159.5x \quad r = 0.999\,9$				

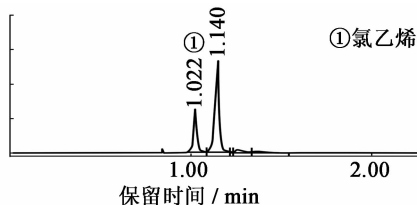


图 1 氯乙烯标准色谱图

2 结果与讨论

2.1 检出限、精密度测定

配置质量浓度为 $0.200 \mu\text{g/L}$ 的标准溶液,测定 7 次,根据 $DL = t_{(n-1)} \times S$ 计算氯乙烯的方法检出限,99% 置信度、 $n = 7$ 时, $t = 3$, S 为 7 次平行测定的标准偏差;配置质量浓度为 $1.000 \mu\text{g/L}$ 的标准溶液,测定 9 次,计算出相对标准偏差检验其精密度,试验结果见表 3。

由表 3 可知,该方法检出限为 $0.024 \mu\text{g/L}$,远远低于《生活饮用水卫生规范》中气相色谱法测定氯乙烯所注明的检出限 $1.0 \mu\text{g/L}$,能够准确判别水样中该物质是否存在;精密度试验结果得到相对标准偏差为 7.6%,满足《生活饮用水卫生规范》中规定的精密度控制范围 2.1% ~ 9.1% 的分析要求。

表 3 检出限、精密度试验结果

试验类别	测量结果									均值	SD	RSD /%	DL
	1	2	3	4	5	6	7	8	9				
检出限	0.192	0.187	0.201	0.203	0.210	0.190				0.197	0.008	0.041	0.024
精密度	0.905	0.972	1.020	1.105	1.155	0.991	1.063	1.083	1.122	1.046	0.08	7.6	

2.2 样品加标回收试验

同时采集 4 组样品,每组双份,一份直接进样,另一份加入质量浓度为 $1.000 \mu\text{g/L}$ 的标准溶液,统计结果见表 4。

表 4 氯乙烯样品加标回收试验

样品	本底值	加标量	测得总量	回收率/%
1	0.741	1.000	1.765	102
2	0.771	1.000	1.782	101
3	0.773	1.000	1.735	96.2
4	0.752	1.000	1.776	102

试验结果表明,该方法的加标回收率为 96.2% ~ 102%,满足《生活饮用水卫生规范》中规定的加标回收率控制范围 90% ~ 107% 的分析要求。

2.3 与《生活饮用水卫生规范》中氯乙烯测定方法的比较

本方法将《生活饮用水卫生规范》指定的氯乙烯的测定中所采用的 U 型不锈钢填充柱改为 INNOWAX 毛细管柱,用吹扫捕集法替代顶空法对样品进行富集,方法检出限由原来的 $1.000 \mu\text{g/L}$ 改善为 $0.024 \mu\text{g/L}$,灵敏度大大提高。

2.4 应用实例

使用本方法监测某厂处理后排水,结果如表 5。

表 5 某厂排水中氯乙烯分析结果

采样时间	取样体积/mL	$\rho(\text{氯乙烯})/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$
8:30	5.0	0.741
10:30	5.0	0.771
14:30	5.0	0.773
17:00	5.0	0.752

监测结果表明,该厂排放水中存在一定量的氯乙烯污染物,若采用《生活饮用水卫生规范》中氯乙烯的测定方法,则不能准确判断氯乙烯的存在。

3 结论

采用吹扫捕集富集、INNOWAX 毛细管柱分析水中氯乙烯,不仅避免了填充柱的繁琐、柱效低和选择性差的缺陷,同时大大提高了灵敏度,检出限达 $0.024 \mu\text{g/L}$;精密度、准确度满足环境样品痕量监测要求,在实际工作中更加科学、可行。

[参考文献]

[1] 卫生法制与监督司. 生活饮用水卫生规范[Z]. 中华人民共和国卫生部. 2001.