

# 固相萃取 气相色谱法测定地表水中硝基苯类化合物

Determination of Nitrobenzene Compounds in Surface Water by SPE GC-ECD

王 芳 陆 梅 梁卫清

(淮安市环境监测中心站 江苏淮安 223001)

**[摘 要]** 采用固相萃取、气相色谱-电子捕获检测器的分析方法,同时定量测定地表水中 9种硝基苯类化合物,该方法线性关系良好,硝基苯和间-二硝基苯检出限为 0.000 5 mg/L,其余 7种硝基苯类化合物检出限为 0.000 1 mg/L,平均加标回收率在 85.1%~103.4%之间。

**[关键词]** 固相萃取;气相色谱法;硝基苯类化合物

**[中图分类号]** X 832 **[文献标志码]** B

硝基苯类化合物广泛用于医药、农药、炸药、染料、造纸、纺织等工业领域,是一类重要的苯类化合物,其结构稳定,种类多且复杂,难以降解。硝基苯类化合物是高毒性的物质<sup>[1]</sup>,通过呼吸道及皮肤侵入人体后,致使人体引起抽搐、嘴唇和指甲发蓝,或皮肤发蓝、腹痛、腹泻、头痛、轻度头昏、气促及肢体发冷、神经系统症状,以及贫血和肝肠疾患,严重时会对人产生致突或致癌<sup>[2]</sup>。因此,加强环境中硝基苯类同系物的分析与监测至关重要。现采用固相萃取-气相色谱法测定地表水中硝基苯类化合物,前处理操作简便,重复性好,只需一次进样就能完成硝基苯类化合物的全分离,缩短了分析时间。

## 1 材料和方法

### 1.1 主要仪器与试剂

Agilent 6890气相色谱仪,带电子捕获检测器,美国 Agilent公司,HP-5色谱柱(30 m ×0.32 mm ×0.25 μm)。

2 000 mg/L硝基苯、硝基氯苯(邻、间、对)、二硝基苯(邻、间、对)、2,4二硝基甲苯、2,4二硝基氯苯标准溶液,甲醇溶剂,购于上海安谱科学仪器有限公司。GDH-502树脂,天津化学试剂二厂。

### 1.2 标准曲线的配制

准确吸取一定量混合标准溶液,用苯定容,配制成为 100 mg/L标准中间液。临用时再稀释成一系列浓度的标准溶液。

### 1.3 前处理方法

取水样 500 mL以 20~30 mL/min流速通过

GDH-502柱。然后通入 N<sub>2</sub>吹出水液,加入 3 mL苯浸泡 5 min,吸出苯液放入 10 mL具塞离心管中,再重复用 2 mL苯,连续浸泡,洗脱两次,合并苯液,用无水硫酸钠脱水后,供色谱分析用。

### 1.4 色谱分析条件

进样口温度:250 °C;μECD检测器温度:300 °C;载气:氮气(纯度>99.999%);柱流速:1.2 mL/min;进样量:1 μL;分流比:10:1。柱升温程序:120 °C(保持 3 min),以 20 °C/min升至 160 °C(保持 2 min),再以 20 °C/min升至 200 °C(保持 1 min)。

## 2 结果与分析

### 2.1 标准色谱图

9种硝基苯类化合物标准色谱峰如图 1所示。

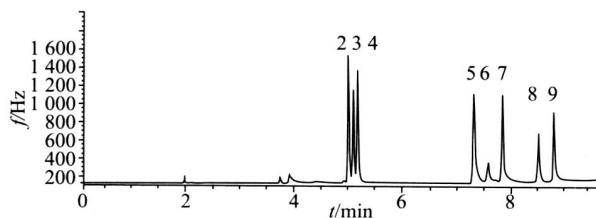


图 1 混合标准溶液色谱图

1:硝基苯;2:间-硝基氯苯;3:对-硝基氯苯;  
4:邻-硝基氯苯;5:对-二硝基苯;  
6:间-二硝基苯;7:邻-二硝基苯;  
8:2,4-二硝基甲苯;9:2,4-二硝基氯苯

### 2.2 标准曲线

按该方法测定标准溶液系列,以峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,如表 1

所示。

表 1 9种硝基苯类的线性范围

化合物	线性方程	$R^2$
硝基苯	$y = 278.5x - 1.046$	0.9997
间硝基氯苯	$y = 6090.6x - 182.4$	0.9966
对硝基氯苯	$y = 4336.7x - 264.7$	0.9969
邻硝基氯苯	$y = 5580.8x - 334.3$	0.9974
对二硝基苯	$y = 7868.3x - 621.7$	0.9971
间二硝基苯	$y = 1394.5x + 26.5$	0.9964
邻二硝基苯	$y = 6774.5x - 319.2$	0.9989
2,4-二硝基甲苯	$y = 3221.1x - 210.1$	0.9971
2,4-二硝基氯苯	$y = 5797.1x - 338.6$	0.9949

### 2.3 方法检出限

根据低浓度平行测定的3倍标准差计算检出限<sup>[3]</sup>。当取样体积为500 mL时,硝基苯和间-二硝基苯的检出限为0.0005 mg/L,其余硝基苯类化合物检出限为0.0001 mg/L。

### 2.4 精密度试验

对2 mg/L硝基苯混合标准溶液平行测定6次, RSD 6.5%。

### 2.5 准确度试验

在水样中添加0.050 mg/L硝基苯混合标准溶

液,平行测定6次,平均加标回收率85.1%~103.4%之间。

### 2.6 实际水样测定

应用该方法测得某实际地表水样中9种硝基苯,只有对-硝基氯苯为0.0009 mg/L,其余均未检出。

## 3 结论

采用固相萃取、气相色谱-电子捕获检测器法同时测定地表水中9种硝基苯类化合物,方法简便、快速,精密度和准确度均符合要求,适用于地表水中硝基苯类化合物的监测。

## 参考文献

- [1] 陈萍,邱瑾.国内硝基苯废水治理研究进展[J].贵州化工,2004,29(2):30-34.
- [2] 刘钦伟,陈国树,彭在姜,等.环境中微量硝基苯同系物的分析进展[J].环境与开发,2000,15(1):7-10.
- [3] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会编.水和废水监测分析方法[M].第四版.北京:中国环境科学出版社,2002:28-29.

(上接第38页)

### 7.3 注意事项

1)如果土壤有效磷含量较高,应改吸取较少量的滤出液,并加浸提剂稀释至10.00 mL后显色。

2)比色溶液中的磷浓度很低时,可改用2 cm或3 cm光径比色槽比色。

## 参考文献

- [1] HJ/T166-2004土壤环境监测技术规范[S].
- [2] NY/T148-1990石灰性土壤有效磷测定方法[S].
- [3] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会编.水和废水监测分析方法[M].第四

版.北京:中国环境科学出版社,2002:246-248

- [4] 鲍士旦主编.土壤农化分析——面向21世纪课程教材[M].第三版.北京:中国农业出版社,2000:79-82.
- [5] ISO 11263:1994,土壤质量磷的测定 光谱法测定碳酸氢钠溶液中可溶磷[S].
- [6] Olsen, S. R., Cole, C. V et Al, Estimation of available P in soils by extraction with sodium bicarbonate USDA circ, 1954: 93-96.
- [7] 中国土壤学会农业化学专业委员会编.土壤农业化学常规分析方法[M].北京:科学出版社,1989:99-101.