

岛津分析应用报告

GC法测定水中硝基苯

前言

硝基苯是一种带有苦杏仁味的淡黄色透明油状液体，属于剧毒化学品。中国GB3838-2002《地表水环境质量标准》中规定在集中式生活饮用水地表水源地中硝基苯的限值为0.017mg/L。2005年11月在吉林省中石油吉林石化双苯厂发生爆炸而导致松花江水体遭受严重的硝基苯污染，污染水经中俄边境河黑龙江流入俄罗斯境内，中俄两国数百万人饮

水安全受到严重影响。国内测定水中硝基苯的标准方法为GB13194-91，采用气相色谱仪ECD检测，硝基苯最低检测浓度为0.2ug/L。俄罗斯标准方法为MYK4.1.1207-03，采用气相色谱仪FID检测，硝基苯最低检测浓度为0.02mg/L。本文采用俄罗斯标准方法测定水中微量硝基苯。

2、仪器与实验条件

2.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010AF（岛津公司），
GCsolution色谱工作站

2.2. 标样准备

将外购高浓度硝基苯标样用乙醇稀释至100mg/L后，分别量取适当体积配制成浓度为0.02，0.05，0.1，0.5和1.0mg/L的标准水溶液，备用。

2.3 样品处理

取200mL水样于500mL分液漏斗中，滴入数滴10M的KOH溶液调节pH值大于10后加入8g NaCl。将40mL二氯甲烷加入分液漏斗中，充分振荡5min后静置15min。将下层有机相取出，置于30~35℃恒温水浴中蒸发浓缩至2mL，取1uL溶液进样分析。

上述5个浓度的标准水溶液也同样采用此步骤进行萃取浓缩处理，再取1uL进样制作标准曲线。

2.4 色谱条件

色谱柱：Rtx-5 30m × 0.25mmid × 0.25μm

进样口温度：280℃

柱温：80℃ (5min)-15℃/min-180℃ (0min)-
40℃/min-250℃ (10min)

检测器温度：280℃

柱流量：1 mL/min (N2)

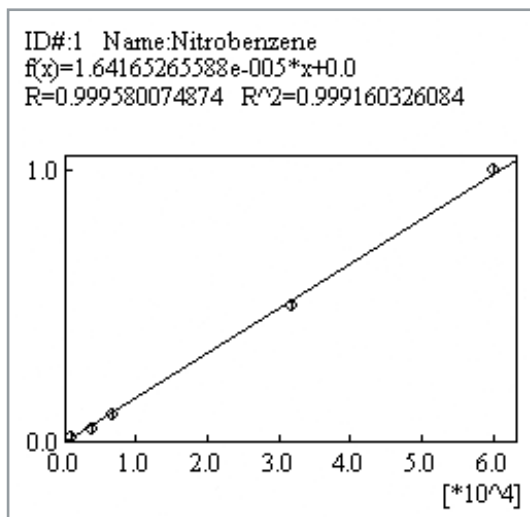
分流比：10:1

载气流量控制方式：恒线速度方式

采集停止时间：12min

3、结论

3.1 通过对5个浓度的标准溶液进样分析，得到如下标准曲线，其线性相关系数为0.9992。



3.2 在空白水样中添加硝基苯标样制成0.1 mg/L的加标样液，经处理后取1 μ L进样，得到如下结果，测得浓度为0.1029mg/L，测定偏差为2.9%。

