

气相色谱法分析环境地表水中的苯胺

GC-045

摘要：本文建立了气相色谱法测定环境地表水中的苯胺的方法。水样经二氯甲烷萃取，干燥浓缩定容后直接上机分析。实验结果表明，该方法在 0.1~100 mg/L 的范围内线性良好，检出限为 0.05 $\mu\text{g/L}$ ($S/N=3$)，重现性好，可用于环境地表水中苯胺的快速监测。

关键词：苯胺环境地表水气相色谱

苯胺又称阿尼林，是一种有刺激性、残留性比较高的有毒化合物。苯胺为无色或微黄色油状液体，有强烈气味，是染料工业中最重要的中间体之一，也是生产农药的重要原料。苯胺毒性很高，仅少量就能引起中毒，而且苯胺通过皮肤、呼吸道和消化道就可以进入人体，从而破坏血液造成溶血性贫血，损害肝脏引起中毒性肝炎，甚至导致各种癌症。

2012年12月31日，山西长治潞城市天脊煤化工公司发生苯胺泄漏事故。此次共有 8.8 吨苯胺泄露，污染带长达 80 公里，并对黄河下游、河北邯郸市水源地造成威胁。

2002年颁布的地表水环境质量标准 GB3838-2002，规定地表水中苯胺的浓度不得超过 0.1 mg/L。在国标 GB/T 5750.9-2006 中，采用气相色谱法检测环境水中的苯胺，最低检测浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 。本文建立了气相色谱法测定环境地表水中苯胺的方法。方法在 0.1~100 mg/L 的范围内线性良好，回收率在 77~95% 之间，重现性好，检出限达 0.05 $\mu\text{g/L}$ ($S/N=3$)，能够快速、准确地测定环境地表水中苯胺。

实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪，配 FID 检测器

结果讨论

2.1 色谱图

配制浓度为 5 mg/L 的苯胺标准溶液，参照上述条件进行采集，得到的色谱图如下。

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5, 30m \times 0.25mm \times 0.25 μm

进样口温度：200 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：不分流进样 (1 min)

柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$ /min (1 min) _ 20 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 250 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)

恒线速度：25 cm/sec

载气：高纯氮气

进样量：1 μL

FID 温度：250 $^{\circ}\text{C}$

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

1.3 样品制备

将 1 L 水样加入到 2 L 分液漏斗中，加入氢氧化钠溶液调节 pH 值到 9~10。加入 30 mL 二氯甲烷，振摇 10 min，萃取时放气释放压力。从分液漏斗中放出下层有机相，重复以上步骤两次，将萃取液合并于锥形瓶中

将萃取液用无水硫酸钠干燥，并用二氯甲烷冲洗无水硫酸钠。将萃取液用旋转蒸发器浓缩至 2 mL。在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下用高纯氮气将其吹至近 1.0 mL 左右，并用二氯甲烷定容至 1.0 mL，转移至进样小瓶，待测。

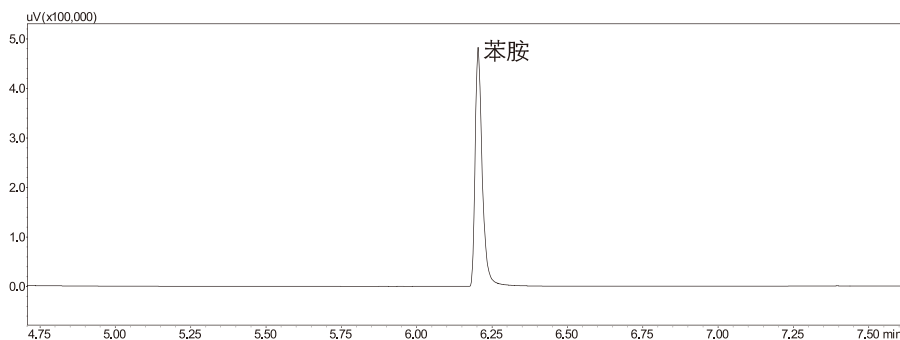


图1 苯胺标准溶液的色谱图 (浓度 5 mg/L)

2.2 线性范围、重复性、回收率及检出限

分别配制浓度为 0.1、0.5、1、5、10、50、100 mg/L 的苯胺标准溶液。参照上述仪器条件进行采集。以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线如图 2 所示，相关系数 r 为 0.9998。

以三倍信噪比计算苯胺的检出限为 0.05 $\mu\text{g/L}$ ，以十倍信噪比计算苯胺的定量限为 0.17 $\mu\text{g/L}$ 。

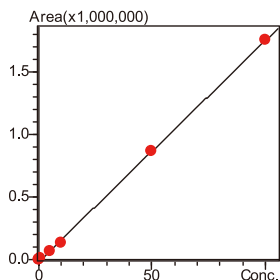


图2 苯胺的校准工作曲线 (线性范围 0.1~100 mg/L)

2.3 重现性测试

取 0.5 mg/L 的苯胺标准溶液，连续测定 6 次，考察仪器精密度，重复性结果如下：

 表1 苯胺标准品溶液的重现性结果 (浓度 0.01 mg/L, $n=6$)

	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
峰面积	1901	1955	1982	1956	1912	1986	1.81
保留时间	6.236	6.231	6.228	6.235	6.231	6.234	0.05

2.4 回收率测试

取 1L 空白水样，加入苯胺标准品溶液，加标浓度分别为 2 和 20 $\mu\text{g/L}$ ，平行处理 3 份，回收率结果见表 2。

表2 加标回收率结果

加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)			平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
2	81.5	77.1	86.2	81.6	5.58
20	91.6	86.7	95.0	91.1	4.58

结论

采用岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪测定环境地表水样中的苯胺，具有线性范围宽，灵敏度高，重现性好等特点，可用于环境地表水中苯胺的快速监测。