

顶空 - 气相色谱法测定工业废水中 8 种苯系物含量

GC-239

摘要： 本文利用岛津公司的 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合顶空进样，建立了一种工业废水中 8 种苯系物含量的检测方法。在 0.05~8.0 mg/L 浓度范围内，8 种苯系物线性关系良好，相关系数 R 均大于 0.999，取 0.20 mg/L 的标准混合溶液进行重复性测试，8 种苯系物相对标准偏差均小于 4%。在加标回收试验中，加标浓度为 1.0 mg/L，8 种苯系物加标回收率在 83.4%~106.0% 之间。该方法满足环境监测中对工业废水中苯系物的检测要求。

关键词： 气相色谱 顶空进样 工业废水 苯系物

苯系物，即芳香族有机化合物 (Monoaromatic Hydrocarbons, 简称为 MACHs)，是苯的衍生物的总称。研究表明，BTEX 具有神经毒性 (引起神经衰弱、头痛、失眠、眩晕、下肢疲惫等症状) 和遗传毒性 (破坏 DNA)，长期接触可以导致人体患上贫血症和白血病。另外，苯乙烯也具有致癌作用，呼吸苯乙烯气体会使人产生淋巴瘤、造血系统瘤和非瘤疾病，尤其是中枢神经系统的疾病等。

苯系物的来源广泛，主要是工业生产、汽车尾气、装饰装修、办公设备等等。水中苯系物主要来源于工业

生产。由于多数苯系物 (如苯、甲苯等) 具有较强的挥发性，在常温条件下很容易挥发到气体当中形成挥发性有机 (VOCs) 气体，会造成 VOCs 气体污染。因此，水质中苯系物的检测受到广泛关注。

本文参照 HJ 1067-2019 《水质 苯系物的测定 顶空 / 气相色谱法》，利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 结合顶空进样，建立了工业废水中 8 种苯系物的测定方法。方法重复性好、灵敏度高，可为工业废水中苯系物的检测提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪：GC-2010 Pro

奥普乐 HS-9 顶空进样器

1.2 分析条件

顶空条件

加热平衡温度：60°C

加热平衡时间：30 min

进样阀温度：100°C

GC 条件

色谱柱：SH-Rtx-WAX, 30 m×0.32 mm×1.0 μm

柱温程序：40°C (5 min)_4°C /min_80°C (5 min)_10°C /min_220°C (10 min)

进样口温度：200°C

载气：氮气

载气控制模式：恒线速度

线速度：33.5 cm/s

色谱柱流量：2.0 mL/min

FID 检测器温度：250°C

传输线温度：100°C

进样体积：1.0 mL

进样方式：分流

分流比：10:1

空气流量：400 mL/min

氢气流量：40 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

■ 样品前处理

取 10.0 mL 废水样品于 20 mL 顶空瓶中，加入 3 g 氯化钠，立即加盖密封，摇匀，待测。用实验纯水替代样品，做试剂空白试验。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

8 种苯系物标准溶液色谱图如下所示。

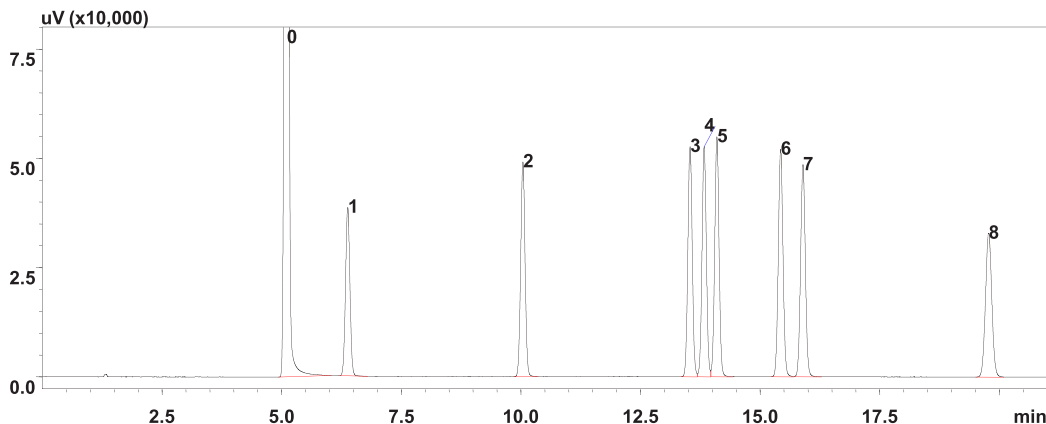


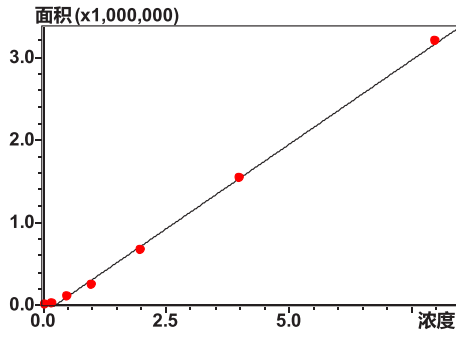
图 1 8 种苯系物标准溶液色谱图 (1.0 mg/L)

表 1 8 种苯系物信息表

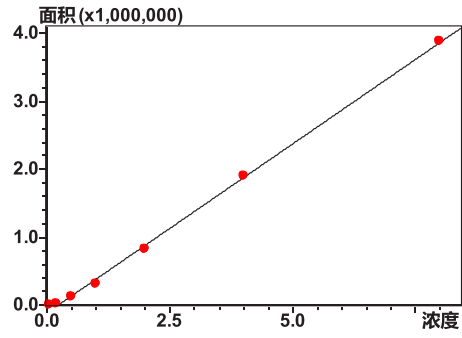
No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	苯	Benzene	71-43-2	6.382
2	甲苯	Methylbenzene	108-88-3	10.051
3	乙苯	Ethylbenzene	100-41-4	13.544
4	对二甲苯	p-Xylene	106-42-3	13.838
5	间二甲苯	m-Xylene	108-38-3	14.114
6	异丙苯	Isopropylbenzene	98-82-8	15.441
7	邻二甲苯	o-Xylene	95-47-6	15.903
8	苯乙烯	Ethenylbenzene	100-42-5	19.778

3.2 标准曲线和检出限

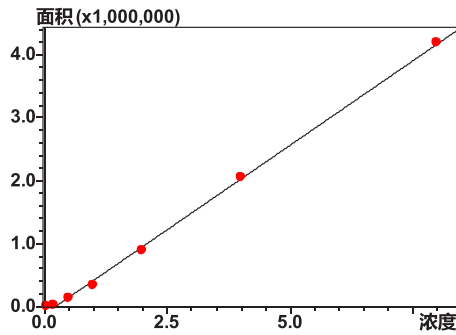
分别向 7 个 20 mL 顶空瓶中预先加入 3 g 氯化钠，再加入一定配比的水和标准使用液，配制得到 8 种苯系物标准系列溶液，溶液浓度分别为 0.05 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、8.0 mg/L。8 种苯系物标准曲线见图 2，取 0.05 mg/L 标准混合样品溶液，计算 8 种苯系物的检出限（按照 3 倍信噪比计算），结果见表 2。



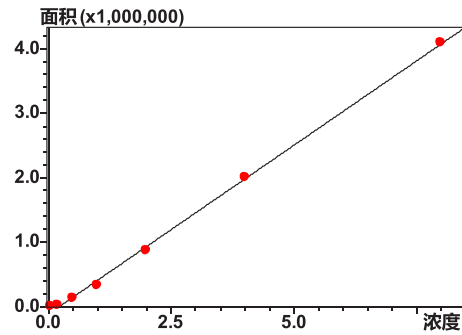
苯



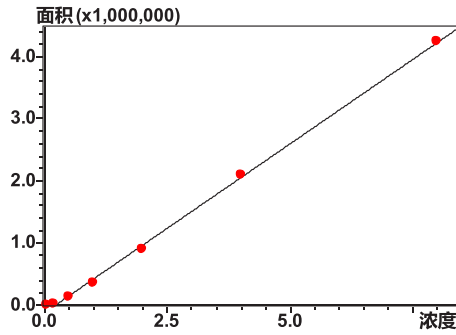
甲苯



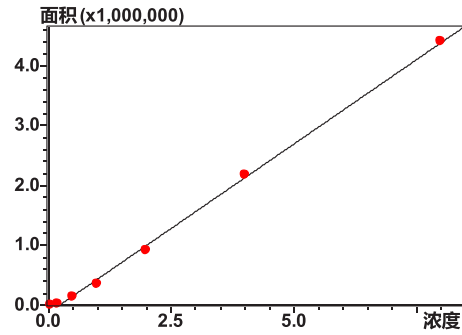
乙苯



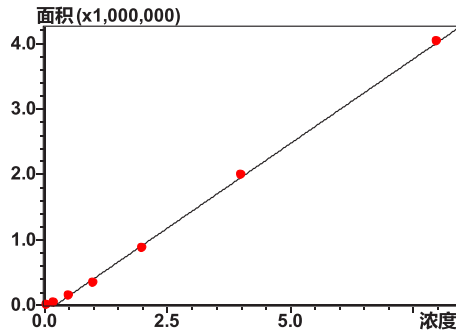
对二甲苯



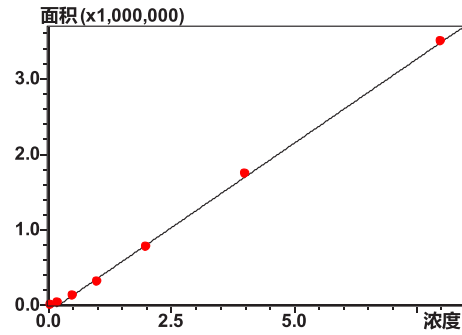
间二甲苯



异丙苯



邻二甲苯



苯乙烯

图2 8种苯系物标准曲线

表 2 8 种苯系物标准曲线信息、检出限及重复性结果

No.	化合物名称	线性系数 R	检出限 (μg/L)	峰面积 RSD (%)
1	苯	0.9990	7.5	2.4
2	甲苯	0.9992	18.7	1.7
3	乙苯	0.9992	24.8	1.9
4	对二甲苯	0.9992	24.6	2.6
5	间二甲苯	0.9992	22.6	1.8
6	异丙苯	0.9991	19.2	2.5
7	邻二甲苯	0.9993	24.8	3.6
8	苯乙烯	0.9994	31.6	2.7

3.3 重复性实验

对 0.2 mg/L 的标准混合溶液，连续 6 次平行测定，考察重复性，测定结果见表 2。

3.4 实际样品测试

以某化工厂废水样品为例，按照样品前处理方式进行试验测定其中 8 种苯系物的含量，色谱图如图 3 所示，测定结果见表 3。

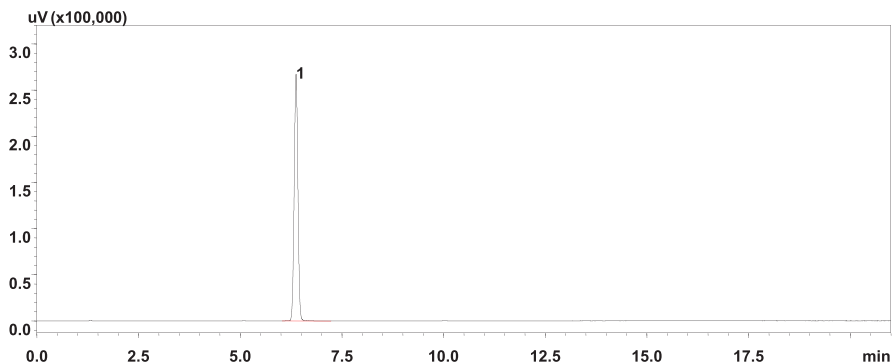


图 3 某化工废水样品色谱图

表 3 废水样品测定结果

No.	化合物名称	样品含量 (mg/L)
1	苯	4.40
2	甲苯	N.D.
3	乙苯	N.D.
4	对二甲苯	N.D.
5	间二甲苯	N.D.
6	异丙苯	N.D.
7	邻二甲苯	N.D.
8	苯乙烯	N.D.

注：N.D. 表示未检出。

3.5 回收率试验

以前述化工厂的废水样品进行加标回收试验。取 10.0 mL 废水样品置于预先已加入 3 g 氯化钠的顶空瓶中，添加 8 种苯系物混合标准溶液，加标浓度为 1.0 mg/L。按前述分析条件测试，结果如表 4 所示。

表 4 加标回收试验结果

No.	化合物名称	回收率 (%)
1	苯	106.0
2	甲苯	86.2
3	乙苯	87.7
4	对二甲苯	87.8
5	间二甲苯	87.2
6	异丙苯	88.5
7	邻二甲苯	84.9
8	苯乙烯	83.4

■ 结论

本文参照 HJ 1067-2019《水质 苯系物的测定 顶空 / 气相色谱法》，采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合顶空进样，建立了工业废水中 8 种苯系物含量测定方法。在 0.05~8.0 mg/L 浓度范围内，8 种苯系物线性关系良好，相关系数 R 均大于 0.999，取 0.20 mg/L 的标准混合溶液进行重复性测试，8 种苯系物相对标准偏差均小于 4%。在加标回收试验中，加标浓度为 1.0 mg/L，8 种苯系物加标回收率在 83.4%~106.0% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，实用性强，可用于工业废水中的 8 种苯系物含量的测定。

岛津应用云

