

# 磐诺色谱测定水中的苯系物解决方案

常州磐诺仪器有限公司分析应用中心

## 1 前言

苯系物是一类含苯环芳香族化合物的总称，通常代表性的组分有苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、苯乙烯等 8 种化合物。其中，苯是已知的致癌物，其余 7 种组分均对人体有不同程度的毒性。自然界中苯系物的主要来源是石油化工、炼焦化工等工业废水，这些工业废水常常对河流、地下水、空气等造成污染。因此，测定水和空气中的苯系物含量对于人与自然本身有重要意义。空气中苯系物的测定方法通常基于热解析技术展开，而水中苯系物的分析方法通常有顶空进样法和溶剂萃取直接进样法。

为了达到更高的检测灵敏度、更简便快捷的获得数据，本方法利用苯系物易挥发、在水中溶解度极差的性质，基于气相色谱仪，采用顶空进样器与高灵敏度氢火焰离子化检测器相结合，建立了一套简单、迅速、灵敏度高、重复性好、自动化的分析方法。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器、试剂与样品

#### 2.1.1 仪器

气相色谱仪(常州磐诺 A91, 配制 FID 检测器, 顶空进样器)

#### 2.1.2 试剂

苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯、甲醇等均为分析纯。

#### 2.1.3 样品

来源于某市区自来水、市售纯净水。

### 2.2 实验方法

#### 2.2.1 气相色谱分析条件的选择与优化

参考 GB/T 5750.8-2006 给出的色谱条件，并结合以往的工作经验，优化色谱条件后进行方法学考查。优化后的色谱条件为：

进样口：240，分流比：~10:1；检测器：氢火焰离子化检测器，250；H<sub>2</sub>：30ml/min；Air：300ml/min；尾吹(N<sub>2</sub>)：30ml/min；进样量：1ml(定量环)

色谱柱：WAX 30m×0.32mm×0.50μm，恒流模式，流速 1.7ml/min

程序升温：45，平衡 8min，以每分钟 12 升温至 200，平衡 2min

顶空进样器条件：样品瓶: 75，30min; 阀箱: 105；传输管线:115

优化后的色谱图见图 1。

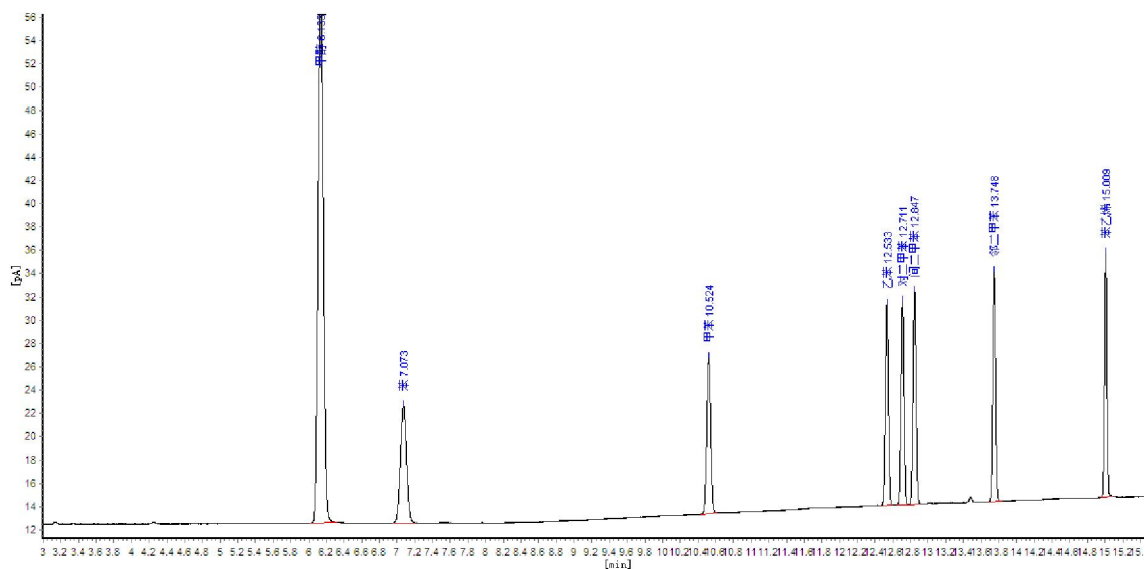


Fig.1 HS-GC-FID 法测定水中的苯系物-完全分离色谱图

### 2.2.2 精密度试验

取 4 个洁净 20ml 顶空瓶，准确加入 5ml 蒸馏水后，再用微量注射器准确吸取苯系物混合溶液适量，密封，作为供试液，在 2.2.1 色谱条件下，重复分析 4 次，7 种组分的峰面积一致，RSD% 均小于 2.5%，表明仪器精密度良好。测试结果见表 1。

表 1 HS-GC-FID 法测定水中的苯系物-精密度试验(n=4)

组分	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>4</sub>	A <sub>aver</sub>	RSD%
苯	97.07	95.99	98.13	96.45	96.91	0.955
甲苯	100.63	97.38	101.01	99.44	99.62	1.640
乙苯	106.24	102.02	106.64	104.18	104.77	2.030
对二甲苯	104.24	100.45	104.53	102.18	102.85	1.859
间二甲苯	102.49	98.39	102.82	100.33	101.01	2.044
邻二甲苯	93.11	90.24	93.64	91.35	92.09	1.707
苯乙烯	79.99	77.91	80.24	78.03	79.04	1.573

### 2.2.3 标准曲线的绘制

取 5 个洁净 20ml 顶空瓶，准确加入 5ml 蒸馏水后，再用微量注射器准确吸取苯系物混合溶液各 1、2、4、8、16 $\mu$ l 后，密封，作为供试液。在 2.2.1 色谱条件下分析，测试峰面积作为纵坐标，以浓度( $\mu$ g/L)作为横坐标，作线性回归拟合，测试数据、回归方程及其相关系

数见表 2 和表 3。

表 2 HS-GC-FID 法测定水中的苯系物-标准液各组分浓度

组分	储备液组分 浓度/( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	标准曲线各组分浓度/( $\mu\text{g}/\text{L}$ )				
		A(1 $\mu\text{l}$ )	B(2 $\mu\text{l}$ )	C(4 $\mu\text{l}$ )	D(8 $\mu\text{l}$ )	E(16 $\mu\text{l}$ )
苯	26.72	5.34	10.69	21.38	42.75	85.50
甲苯	21.12	4.22	8.45	16.90	33.79	67.58
乙苯	21.76	4.35	8.70	17.41	34.82	69.63
对二甲苯	21.12	4.22	8.45	16.90	33.79	67.58
间二甲苯	25.92	5.18	10.37	20.74	41.47	82.94
邻二甲苯	28.80	5.76	11.52	23.04	46.08	92.16
苯乙烯	28.48	5.70	11.39	22.78	45.57	91.14

表 3 HS-GC-FID 法测定水中的苯系物-标准曲线-2

浓度	A	B	C	D	E	r	回归方程
苯	0.81	1.65	2.87	5.78	11.00	0.9997	$y=0.1267x+0.2242$
甲苯	0.72	1.44	2.63	5.36	10.19	0.9997	$y=0.1494x+0.1542$
乙苯	0.65	1.19	2.26	4.72	9.01	0.9997	$y=0.1289x+0.0892$
对二甲苯	0.70	1.29	2.39	4.94	9.20	0.9994	$y=0.1348x+0.1733$
间二甲苯	0.69	1.34	2.55	5.17	9.93	0.9998	$y=0.1190x+0.1113$
邻二甲苯	0.77	1.46	2.74	5.45	10.34	0.9997	$y=0.1108x+0.1946$
苯乙烯	0.62	1.28	2.46	5.00	9.44	0.9995	$y=0.1032x+0.1142$

备注：回归方程中，y 代表峰面积，x 代表待测物的浓度值( $\mu\text{g}/\text{L}$ )

#### 2.2.4 检出限及定量限

依据噪声的十倍 (10N) 作为定量限，三倍 (3N) 作为检出限，分别配制浓度相当于检出限和定量限的供试液，供试液组分浓度见表 4。在 2.2.1 色谱条件下分析，测试结果见图 2。

表 4 HS-GC-FID 法测定水中的苯系物-检出限与定量限组分浓度

组分浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	苯	甲苯	乙苯	对二甲苯	间二甲苯	邻二甲苯	苯乙烯
检出限	1.6	1.3	1.4	1.4	1.6	1.7	1.7
定量限	5.3	4.4	4.6	4.6	5.2	5.8	5.5

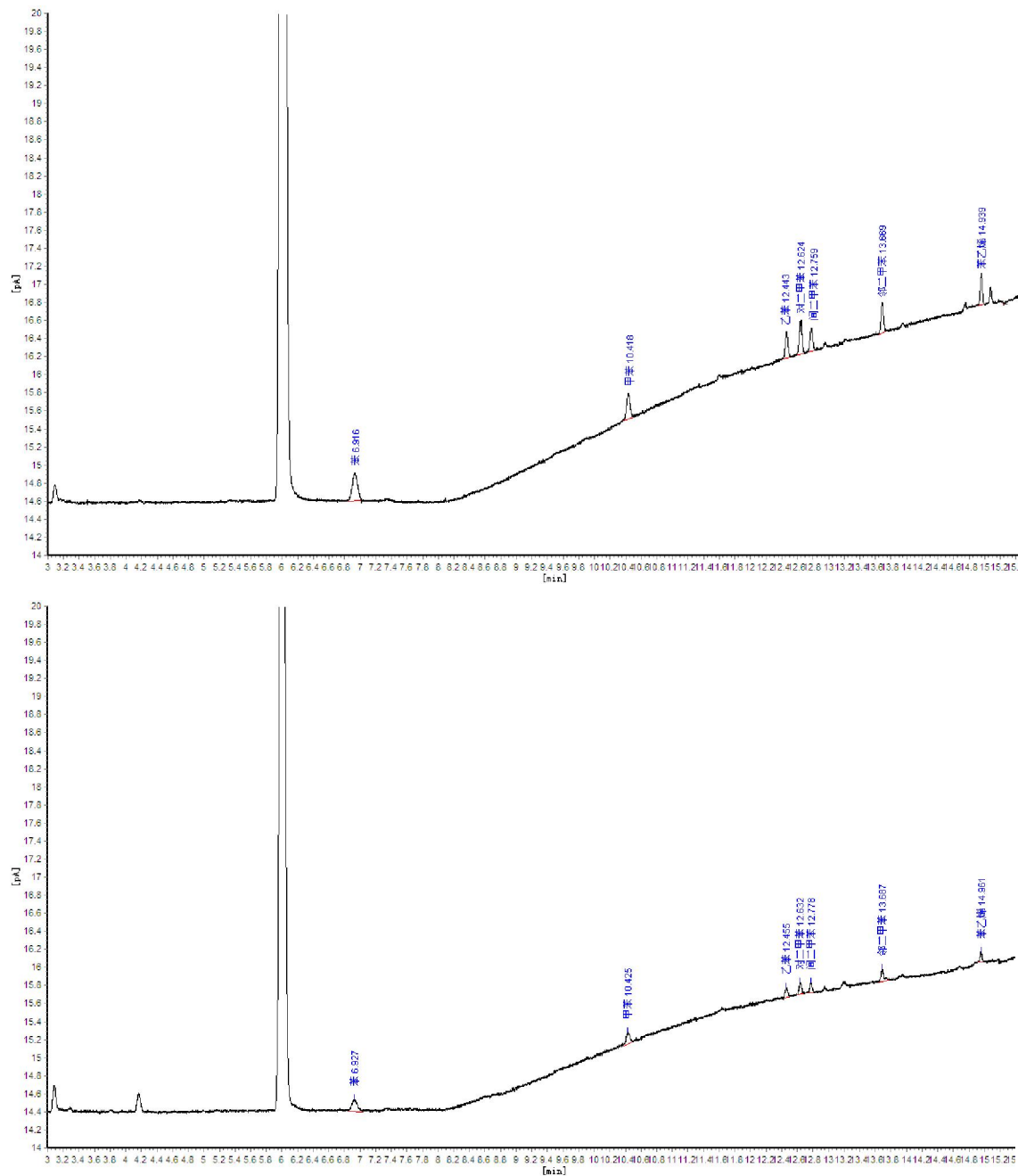


Fig.2 HS-GC-FID 法测定水中的苯系物-检出限与定量限

## 2.2.6 样品测试

在 2.2.1 色谱条件下,对 2 个水样进行了苯系物的含量测定,测试结果均未检出苯系物。

### 3 结果与讨论

采用 HS-GC-FID 方法，在优化的色谱条件下，苯系物各峰之间能够完全分离，在 5ml 样品量的条件下，方法的检出能力完全满足 GB 5749-2006 《生活饮用水卫生标准》，可用于生活饮用水中苯系物指标的监控，同时也能用于工业用水、环境污染中苯系物的含量测定。