



中华人民共和国国家标准

GB/T××××-××××

代替 GB 8972-1988

水质 五氯酚的测定 气相色谱法

Water quality-Determination of Pentachlorophenol-Gas Chromatography

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施
发布

国家质量监督检验检疫总局
环 境 保 护 部

目 次

前言.....	II
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 试剂和材料.....	1
4 仪器和设备.....	1
5 干扰及消除.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	2
8 结果计算.....	3
9 精密度和准确度.....	4

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中五氯酚的监测方法，制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水、废水中五氯酚的气相色谱/电子捕获检测器测定方法。

自本标准实施之日起，GB 8972-1988 废止。

本标准为指导性标准。

本标准由环境保护部科技标准司组织制定。

本标准主要起草单位：青岛市环境监测中心站。

本标准自 200□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 五氯酚的测定 气相色谱法

1 适用范围

本标准规定了地表水、地下水、废水中五氯酚的气相色谱/电子捕获检测器测定方法。

本标准适用于地表水、地下水、废水中五氯酚及五氯酚盐的测定。水样 100mL 时，检出限为 0.005 $\mu\text{g/L}$ 。测定下限为 1.0 $\mu\text{g/L}$ ，测定上限为 500 $\mu\text{g/L}$ 。

2 方法原理

在酸性条件下，将水样中的五氯酚盐转化为五氯酚，用正己烷萃取，再用 0.1mol/L 的碳酸钾溶液反萃取，使有机相中五氯酚转化为五氯酚盐进入碱性水溶液中，消除样品基体干扰。然后在碱性溶液中加入乙酸酐与五氯酚盐进行乙酰化衍生反应，最后用正己烷萃取生成的五氯苯乙酸酯，用备有电子捕获检测器的气相色谱仪进行测定。

3 试剂和材料

本标准所用试剂除另有注明外，均为符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

3.1 五氯酚标准溶液：1.00mg/mL。

3.2 五氯苯乙酸酯标准溶液：固体，纯度 $\geq 99.9\%$ 。使用前，称取 0.1157g 五氯苯乙酸酯标准，用正己烷溶解并稀释至 100mL，该溶液浓度相当于含五氯酚 1.00mg/mL。

3.3 正己烷 (C_6H_{14})：色谱纯。

3.4 乙酸酐 ($(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$)。

3.5 无水碳酸钾 (K_2CO_3)：使用时配制成 0.1mol/L 的水溶液。

3.6 浓硫酸 (H_2SO_4)： $\rho = 1.84\text{g/mL}$ 。

3.7 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：优级纯。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱仪：具电子捕获检测器。
- 4.2 色谱柱：石英毛细管色谱柱，30m×0.32mm(内径)×0.25μm(膜厚)，固定相为5%苯基-95%甲基聚硅氧烷。
- 4.3 载气：高纯氮气(纯度≥99.99%)。
- 4.4 进样器：10μL 微量注射器。

5 干扰及消除

所使用的溶剂、试剂、玻璃器皿、采样器等不洁将会污染样品，出现的杂峰有可能干扰测定，这些干扰可通过实验空白确定。必要时，可通过提纯试剂和清洗玻璃器皿消除干扰。载气不纯也可能引起基线漂移，干扰测定。

6 样品

6.1 采样与保存

由于五氯酚在阳光直接照射下易分解，采样时应使用棕色玻璃瓶，每100mL水样中加入1mL10%的硫酸溶液和0.5g硫酸铜，在4℃下放在暗处保存。采样时，若有余氯存在，加80mg硫代硫酸钠，摇匀。

所有样品必须在7天内萃取，萃取后应在30天内进行分析。萃取液4℃下避光保存。

6.2 样品的预处理

取均匀水样100mL置于250mL分液漏斗中，加入1mL浓硫酸，用10mL正己烷萃取水样两次，合并正己烷相，弃去水相。再用5mL0.1mol/L碳酸钾溶液提取正己烷相两次，合并水相，弃去正己烷相。向水相加入0.5mL乙酸酐，振摇3分钟后，加入2mL正己烷，振摇3分钟，静置分层后，弃去水相，收集正己烷相待分析。

7 分析步骤

7.1 色谱条件

气化室温度：250℃；

检测器温度：300℃；

色谱柱温度:60℃保持 2min,以 20℃/min 升至 220℃,以 10℃/min 升至 250℃ 保持 3min;

载气流量: 1.5mL/min;

尾吹气: 60.0mL/min;

进样量: 1.0μL;

进样方式: 分流或不分流进样。

7.2 校准曲线

使用外标曲线法进行定量,在 1.0~500μg/L 范围内用五个不同浓度五氯酚标准制作校准曲线,曲线的相关系数 ≥ 0.999 。

7.3 样品分析

水样按预处理方法处理后,在与校准曲线相同的条件下,用微量注射器进样 1.0μL 进行测定。色谱图见图 1。

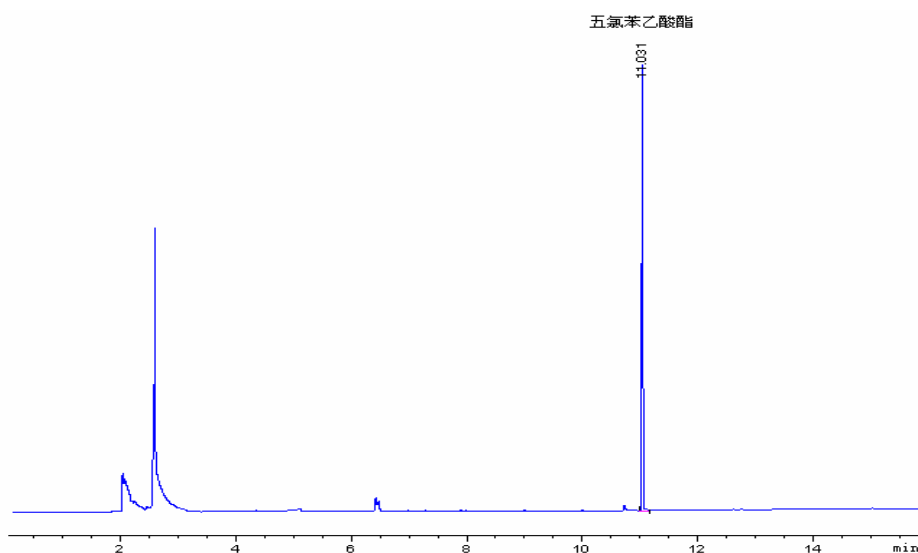


图 1 五氯苯乙酸酯标准色谱图

8 结果计算

8.1 定性分析

样品分析前,应建立保留时间窗口,即在 72 小时内进行 3 次标准分析,保留时间窗口为 $t \pm 3S$ 。 t 为 3 次标准分析的保留时间平均值, S 为 3 次标准分析的标准偏差。当样品在保留时间窗口内出现色谱峰,则可判定为五氯酚。

可使用极性色谱柱如 DB-1701 进行辅助定性分析。

8.2 定量结果的计算

水样中五氯酚含量按下式计算：

$$C_{\text{样}} = C_{\text{标}} / K$$

式中： $C_{\text{样}}$ —水样中五氯酚含量， $\mu\text{g/L}$ ；

$C_{\text{标}}$ —由曲线计算所得的浓度值， $\mu\text{g/L}$ ；

K —水样浓缩倍数(所取水样与水样衍生萃取后体积之比，本方法 $K=50$)。

9 精密度和准确度

10.1 精密度

进行清洁地表水平行样测定时，测定结果的相对偏差 $\leq 10\%$ 。

10.2 准确度

当水样中五氯酚的浓度在 $3\sim 30\mu\text{g/L}$ 时，平均回收率在 $80\%\sim 112\%$ 之间，相对标准偏差 $\leq 15\%$ 。
