

水质 1,2-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯的测定
顶空或吹扫捕集/气相色谱法

编制说明

(征求意见稿)

中国环境监测总站

2008年3月

目 录

一、任务来源.....	2
二、编制目的和意义.....	2
三、编制原则和依据.....	3
四、国内外有关标准现状.....	3
五、相关问题说明.....	4
六、与国外标准的对比.....	4

一、任务来源

2006 年国家质检总局（国质检财函[2007]971 号）和 2007 年国家质检总局（国质检财函[2007]971 号）下达了《水质 1,2-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯的测定 顶空或吹扫捕集/气相色谱法》国家环保标准制修订计划，项目统一编号为 1149，任务承担单位为中国环境监测总站。

二、编制目的和意义

氯苯类化合物是指一系列苯的氯取代异构体的总称。氯苯类污染物包括氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯和 1,2,4-三氯苯等。工业上氯苯类化合物可以作为溶剂、还原剂、氧化剂及一些染料、农药和化工生产的中间体，由于其广泛使用，造成了这类化合物对环境污染的普遍性和严重性，是工业废水中重要污染物。氯苯类污染物是目前世界各国最为关注的有机氯类的环境污染物。美国 129 种水中优先污染物中，有机氯类污染物就占 61 种。这是因为这些污染物一般都具有“三致”作用毒性，对人体健康危害大，而且在环境中多数难降解，对水生态环境有一定危害。实践证明，氯苯类污染物很容易穿透常规水污染控制工程屏障而进入自然环境，并长期存留和富集，产生一系列环境污染问题。

目前国内水质中氯苯类化合物的分析标准方法均采用有机溶剂萃取前处理，大口径填充柱分析。萃取和净化过程中易造成损失和污染，且操作烦琐。而顶空和吹扫捕集毛细管柱气相色谱法可不经有机溶剂萃取和浓缩，减少了沾污和损失，具有灵敏度高，受干扰因素少，定量准确，操作简便等特点，广泛应用于环境监测分析中。随着现代气相色谱仪技术的发展，毛细柱因分离效率高，很多用填充柱的分析方法很有必要用毛细管柱代替。目前随着国家对环保的重视，对环境监测也逐渐加大投入，很多监测部门引进了现代化的监测仪器和前处理仪器，原有的标准方法已不能适应现代监测要求，对原有的标准进行补充修订已迫在眉睫！在方法修订过程中，增加该方法，可在保证精密度和准确度的前提下简化样品的前处理方法，减少废液的产生，同时与国际上先进的分析方法保持一致。

三、 编制原则和依据

3.1 基本原则

本标准的编制原则是既参考国外最新的方法技术，又考虑国内现有监测机构的监测能力和实际情况，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。

3.2 编制依据

在调查了大量国际国内现有文献和国际已有分析方法资料的基础上，结合国内实验室的实践经验，修订本标准。主要依据原标准 GB/T 17131-1997，同时参照《水和废水监测分析方法》（第四版），EPA 601 的前处理方法。本方法实施后，将代替原标准，为水质中 1,2-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯的测定提供标准分析方法。

3.3 技术路线

本标准采用了先进的自动顶空进样器、吹扫捕集和毛细柱分析的技术路线。原标准的萃取、填充柱分析的缺点是显而易见的。顶空进样和吹扫捕集明显地提高了分析的灵敏度和精密度，并减少有机废液的产生。修订后的标准保留了原有标准，在此基础上增加了顶空进样技术、吹扫捕集和毛细柱分析技术，以满足不同层次实验室的使用要求，本标准还增加了部分的质量保证和质量控制内容。

四、 国内外有关标准现状

目前，国内水中氯苯类的测定标准方法主要有《GB/T 17131—1997 水质 1, 2-二氯苯、1, 4-二氯苯、1, 2, 4-三氯苯的测定 气相色谱法》和《HJ/T 74-2001 水质 氯苯的测定 气相色谱法》，都是用萃取的方法填充柱气相色谱进行测定。GB/T 17131—1997 是用石油醚萃取水中的氯苯类化合物，萃取液经浓硫酸洗涤净化，消除对待测化合物的干扰，然后用具电子捕获检测器的气相色谱仪进行测定。采用的色谱柱固定相为 3%有机皂土加 3%DC-200/101 白色硅烷化担体。HJ/T74-2001 是用二硫化碳萃取水中的氯苯，萃取液浓缩后用具氢火焰离子化检测器的气相色谱仪分析测定，采用的色谱柱也为填充柱，固定相为载体 chromosorb W (AW-DMCS)，固定液为 SE-30。

《水和废水检测分析方法（第四版）》中关于氯苯类的测定有五种方法。挥发性有机物的测定吹脱捕集气相色谱法（P&T—GC—FID）和吹脱捕集气相色谱

质谱法（P&T—GC—MS）都包括氯苯类的测定。吹脱捕集气相色谱法采用的色谱柱为TC-Aquatic，检测器为FID；吹脱捕集气相色谱质谱法可采用VOCOL、DB-624、DB-5色谱柱。半挥发性有机化合物气相色谱—质谱法（GC—MS）中只包括二氯苯和三氯苯，未包括氯苯的测定，前处理是将水相分别调至碱性和酸性，用二氯甲烷进行萃取。

EPA601方法城市和工业废水中有机物的测定是采用吹扫捕集气相色谱法测定，检测器为ECD和微库仑检测器，色谱柱为填充柱。EPA方法502.2方法是采用吹扫捕集气相色谱法来测定水中的挥发性有机物，其中包括氯苯类的测定，采用的色谱柱为毛细柱，检测器为PID和ELCD双检测器。EPA524.2方法是采用吹扫捕集气相色谱质谱法测定水中的挥发性有机物，同样包括氯苯类的测定。EPA625城市和工业废水中有机物的分析中性和酸性基体的测定方法中包括氯苯类化合物，使用二氯甲烷萃取，气相色谱质谱法分析。ISO6468：1996水质 有机氯杀虫剂、多氯联苯和氯苯类的测定 液液萃取—气相色谱法也可用于氯苯类的测定。日本采用JIS K4102-1995 氯苯类(氯苯、邻二氯苯、对二氯苯)测定方法。

选用顶空和吹扫捕集前处理，毛细柱气相色谱分析不经有机溶剂萃取和浓缩，减少了沾污和损失，具有灵敏度高，受干扰因素少，定量准确，操作简便等特点，是测定水中氯苯类比较好的方法。选择分离效果最好的毛细管柱（DB-1、DB-5、DB-624）。ECD检测器作为常用检测器对氯苯类化合物有很高的灵敏度，是理想的检测器。

五、 相关问题说明

本次标准修订统一了原理论述和样品前处理以及色谱分析条件的论述，采用顶空或吹扫捕集的前处理方法，简化样品前处理；1,2-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯标准溶液液采用以国家环保总局标样所配制的标准溶液配制。

六、 与国外标准的对比

本标准修订后采用了与美国标准方法类似的样品前处理方法、分析等步骤，在总体技术路线方面是一致的，标准编制过程中力求保证在整体技术方面的先进性和具体实施上的可操作性。