

监测分析

直接进样气相色谱法分析污水中敌敌畏

康 君 行

(中国科学院环境化学研究所)

水中有机磷农药的提取和测定方法的报道已经很多^[1-4]。一般多采用溶剂萃取法或树脂吸附法提取水中农药,再将抽提液净化、浓缩后进行色谱分析。样品的预处理工作比较繁琐,本文介绍水样不经预处理直接进样分析有机磷农药的方法,甚为简便。

由于火焰光度检测器(FPD)是对含磷和含硫化合物有高灵敏度和高选择性响应的检测器,它本身不易被污染^[5,6],同时它对水的响应极不敏感。本工作选用了适用于水溶液分析,能直接测定水,又能对有机磷农药有良好分离的分子量为2万的聚乙二醇的色谱柱^[7],从而建立了测定污水中敌敌畏的直接进样FPD-GC分析方法。该法免去了繁琐的样品预处理操作,简易、快速、可以对农药厂污水进行快速分析。

一、仪器和试剂

1. SP-2305 型气相色谱仪, HY-II 型火焰光度检测器, 526 毫微米磷滤光片(沈阳陵北机械厂产)。色谱柱为 1.2 米×3 毫米玻璃柱,内填 5%聚乙二醇(分子量 2 万)/Chromosorb W. AW. DMCS. 60—80 目,两端填充经硅烷化处理过的玻璃棉。在 200℃ 下老化 24 小时。

色谱条件温度:柱箱 130℃,检测室 220℃,汽化 170℃;气流 (ml/min): N₂——160, H₂——74, O₂——11。

2. 敌敌畏标准样品 纯度大于 99%。

二、标准曲线的绘制及方法的灵敏度、精密度的测定

根据计算量准确移取一定体积的敌敌畏丙酮溶液 (mg/ml 量级)于容量瓶中,用经盐酸酸化的自来水或蒸馏水稀释至刻度,配制敌敌畏标准水溶液。该标准液内丙酮含量不超过 1%。

进样不同量的敌敌畏标准水溶液,测定其响应。用峰面积 (mm²) 对进样量 (ng) 作图,绘制标准响应曲线 (图 2)。



图 1 敌敌畏标准水溶液色谱图
浓度 22 ppm, 进样量 2 μ l 1. 水 2. 敌敌畏

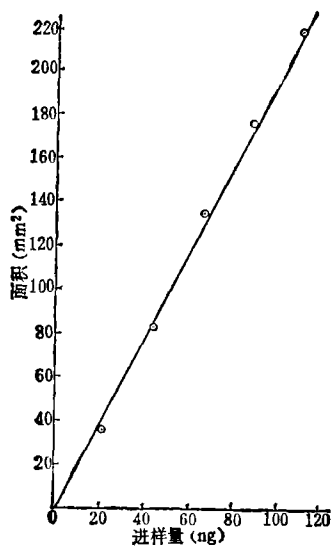


图 2 敌敌畏的响应曲线

在给定的色谱条件下,多次测定敌敌畏标准水溶液,以确定方法的灵敏度及精密度,结果见表 1。

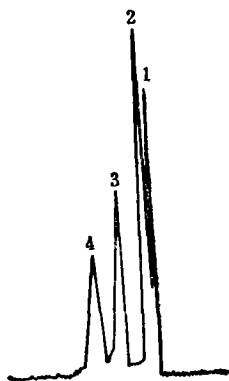
表 1 方法的灵敏度和精密度

水溶液 浓度 (ppm)	测定 次数	进样体 积* (μ l)	灵敏度 (ppm)	平均峰 面积 (mm^2)	标准偏 差 (mm^2)	变异 系数 %
22	11	5	0.18	218	10.2	4.7

* 直接进样法的灵敏度与进样体积有关, 进样体积越大, 检测灵敏度越高。

三、污水的测定

待测污水若呈中性或偏碱性, 为避免敌敌畏水解*, 滴加少许盐酸。若污水已呈酸性则不必加酸。

图 3 污水样品色谱图进样 5μ l

1—水, 2—18°(未知) 3—57°(未知) 4—1'38"敌敌畏

化。取小体积污水经玻璃毛过滤除去悬浮物及沉淀物后直接进水样分析。图 3 为某生产敌敌畏农药厂的污水色谱图。

四、色谱柱寿命及性能考查

反复注射蒸馏水, 自来水及污水样品, 经过 300 次以上的水样测定, 未见色谱柱性能降低, 说明色谱柱的寿命及性能是好的。

参 考 文 献

- [1] Askew, J. et al., *Analyst*, **94**, 275—283(1969).
- [2] Ripley, B.D. et al., *J. Assoc. off. Anal. Chem.*, **57**, 1233 (1974).
- [3] 环境污染分析方法科研协作组, 环境科学丛刊, 5—6 期, 135, (1980).
- [4] Lebel, G. L. et al., *J. Assoc. off. Anal. Chem.*, **62**, 241 (1979).
- [5] Brody, S. S. and J. E. Chaney, *J. Gas. Chromatogr.*, **4**, 42 (1966).
- [6] Bowman, M. C. et al., *Anal. Chem.*, **40**, 1448 (1968).
- [7] 中国科学院化学研究所色谱组, 气相色谱手册, 112 页, 科学出版社, 1977.

* 本实验室在 25°C , $\text{pH} = 3.04$ 条件下, 测定敌敌畏的水解半衰期 $t_{1/2} = 533$ 小时, 故水样经酸化后, 可以贮存一定时间, 并不影响测定结果。本实验室的实验也证明了这点。

SO₂ 的间接测定方法——冷原子荧光光度法

郎惠云 姜理 任丁 谢志海

(西北大学化学系)

近年来, SO₂ 的监测在环境化学中处于越来越重要的地位, 因此寻求简单快速灵敏的分析方法就成了分析工作者的迫切任务, 本文提供了一种新的分析方法, 同时也扩大了测汞仪的应用范围。

本法基于 SO₃²⁻ 能与 Hg²⁺ 形成很稳定的 Hg(SO₃)₂²⁻ 络合离子^[1], 促使 Hg²⁺ 的歧化反应 $\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{SO}_3^{2-} \rightarrow \text{Hg}^0 + \text{Hg}(\text{SO}_3)_2^{2-}$ 定量产生 Hg⁰, 从而用直接测定原子态汞来间接检测 SO₂ 的含量。检出限为 3×10^{-11} 克, 变异系数为 1.1%, 与标准方法^[2] 对照, 测定结果一致。

一、主要仪器和试剂

仪器 LYG-77 型冷原子荧光测定仪

H.H.S 型电热恒温水箱

试剂

1. $0.1\text{MHg}_2(\text{NO}_3)_2$ 储备液 准确称取 0.5610 克 $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 10 毫升 5N HNO₃ 中, 移置 100 毫升量瓶定溶至刻度, 摇匀备用, 用时以水稀释成 10^{-4}M 和 10^{-6}M 的标准使用液。

2. Na₂SO₃ 标准溶液 称取 0.2 克毛水 Na₂SO₃,