

气相色谱法测定土壤及水中三氯苯残留量

张水铭

(中国科学院南京土壤研究所)

三氯苯是化学工业和合成农药的重要原料。在国外,三氯苯被列为必须监测的土壤污染物之一。国内已有关于测定水体中氯苯系列化合物方法的报道^[1],但尚缺少测定土壤中三氯苯的方法。

三氯苯包括1,2,3-; 1,2,4-; 和1,3,5-氯苯三种异构体,用一般的化学分析方法较难分离,本文介绍的用气相色谱测定土壤中三氯苯残留量的方法,具有分离效果好、灵敏度高、操作简便及回收率高等优点,适用于测定土壤和水环境中微量的三氯苯。

一、材 料

(一)仪器 1, GC—5A型气相色谱仪,带Ni⁶³电子捕获鉴定器; 2, 振荡器。

(二)试剂 1, 重蒸馏的丙酮(A.R.); 2, 石油醚(60—90℃)A.R., 重蒸馏收集70±2℃; 3, 无水硫酸钠(A.R.), 如果结块, 置于马富炉400℃灼烧4小时, 冷却后待用; 4, 浓H₂SO₄(A.R.); 5, 2%Na₂SO₄, 称100gNa₂SO₄·10H₂O(A.R.), 用蒸馏水溶解后稀释至5000ml。

(三)供试土壤 为江西省鹰潭市红壤和江苏省江宁县黄棕壤发育的水稻土的1—15cm表层土, 经风干、碾碎、过20孔筛后备用。

二、操作步骤及色谱条件

(一)土壤中三氯苯残留量的测定 准确称取新鲜土样10.0g置于100ml三角瓶中加入50ml丙酮, 在振荡器上振荡30分钟, 放置澄清(或离心)吸取上清液10ml于盛有35ml石油醚分液漏斗中, 加入50ml 2%Na₂SO₄, 混合后, 在分液漏斗振荡器上振荡3分钟, 除去下层丙酮水溶液, 上层石油醚层力入浓H₂SO₄ 5—10ml, 激烈振荡十数次后去除浓H₂SO₄, (如果H₂SO₄颜色很深, 可以再用浓H₂SO₄纯化1次)。加入2%Na₂SO₄ 30ml洗1次, 去水层, 经无水Na₂SO₄柱脱水, 收集于50ml容量瓶中, 再用15ml石油醚将分液漏斗洗净经脱水柱并于上述石油醚中, 供色谱测定用, 如果浓度太低可浓缩后再测定。

(二)水中三氯苯残留量的测定 吸取200ml水样, 加入4gNa₂SO₄·10H₂O晶体, 溶解后, 分别用20ml, 15ml石油醚萃取两次, 除去水层, 合并石油醚提取液, 用浓H₂SO₄纯化, 以下操作同(一)。

(三)添加法回收实验 称取过20孔筛的黄棕壤和红壤风干各10g分别置于100ml三角瓶中, 加入1ml(25mg/L)含3种三氯苯异构体的石油醚溶液, 令土壤中3种三氯苯异构体的浓度均为2.5mg/kg, 混匀后放置暗室过夜, 各三角瓶分别加入1ml 2%Na₂SO₄溶液和50ml丙

酮进行提取, 其他操作步骤同(一)。

(四) 色谱条件 色谱柱担体: Chromosorb WAW-DMCS 60-80目; 固定液: 1.5%OV-17/2.0%QF-1; 载气流速: N_2 60ml/分; 柱温: 120℃; 进样口温度: 200℃; ECD 温度: 250℃。

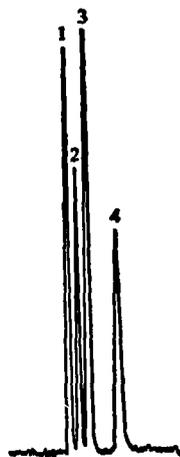
三、结果与讨论

(一) 方法的分离效果 由于工业用的三氯苯常常是三种异构体共存的, 所以测定环境中三氯苯残留量时, 首先必须找到能分离三种异构体的方法。按本文规定的色谱条件, 能获得3个三氯苯异构体的色谱峰(图1), 峰1, 2, 3分别代表1, 3, 5-、1, 2, 4-和1, 2, 3-三氯苯, 峰4为内标。结果表明, 各异构体峰形都很好, 各峰之间也分得清晰, 所以适用于3种异构体的同时测定。

(二) 方法的灵敏度 在本文规定的条件下, 3种氯苯异构体灵敏度都很高, 1, 3, 5-和1, 2, 3-三氯苯最低检测浓度为 $0.005\mu\text{g/ml}$, 1, 2, 4-三氯苯为 $0.01\mu\text{g/ml}$, 满足了微量残留物的分析要求。

(三) 回收率和精密度 添加回收率实验结果列于表1。结果表明, 无论土壤和水样都获得较高的回收效果, 其回收率在92.3—105.0%之间, 在黄棕壤中的回收率略高于红壤, 但无明显差异。

除水体中1, 2, 4-三氯苯标准偏差为6.17%外, 其余都低于5%, 说明本方法准确度和精密度都比较高, 适用于环境中微量残留量的分析, 并可获得可靠的结果。



峰1, 2, 3分别为1, 3, 5-、1, 2, 4-和1, 2, 3-三氯苯, 峰4为内标

图1 3种三氯苯异构体色谱峰

表1 水体、土壤中添加三氯苯的回收率(%)

| 样 品 | 重 复 次 数 | 1, 3, 5-三氯苯 | 1, 2, 4-三氯苯 | 1, 2, 3-三氯苯 |
|-----|---------|------------------|-------------------|-------------------|
| 黄棕壤 | 5 | 97.76 ± 4.98 | 101.15 ± 3.67 | 104.97 ± 2.29 |
| 红 壤 | 5 | 92.33 ± 1.57 | 996.54 ± 1.93 | 101.69 ± 1.45 |
| 水 样 | 12 | 95.93 ± 4.57 | 100.20 ± 6.17 | 104.31 ± 3.81 |

参 考 文 献

[1] 环境污染分析方法科研协作组编著, 环境污染分析方法, 第二卷, 有机物分析, 44—48页, 科学出版社, 1987。