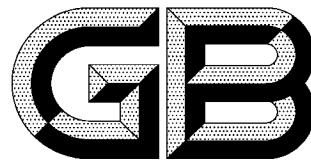


UDC 614.777:543.06

Z 16



中华人民共和国国家标准

GB 8972—88

水质 五氯酚的测定 气相色谱法

Water quality—Determination
of pentachlorophenol
—Gas chromatography

1988-03-26 发布

1988-08-01 实施

国家环境保护局 发布

中华人民共和国国家标准

水质 五氯酚的测定 气相色谱法

UDC 614.777
:543.06

GB 8972—88

Water quality—Determination
of pentachlorophenol
—Gas chromatography

1 适用范围

本标准规定了测定水中五氯酚及其钠盐的气相色谱法。适用于地面水中五氯酚的分析测定。水样为50mL时,最小检出浓度为 $0.04\mu\text{g/L}$ 。

2 原理

本标准采用首先净化在酸性条件下,将水样中的五氯酚钠转化为五氯酚,用正己烷萃取,再用 0.1mol/L 的碳酸钾溶液反萃取,使五氯酚再转化为五氯酚盐进入碱性水溶液中,使五氯酚与水样中的氯代烃类(如六六六, DDT等)、多氯联苯类(PCB)分离,消除干扰。然后衍生反应,在碱性溶液中加入乙酸酐与五氯酚盐进行乙酰化反应。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分析测定。

3 试剂和材料

3.1 载气

氮气,高纯(99.999%),用 5\AA 分子筛净化管净化。

3.2 试剂

本法所用试剂除指明者外,均为分析纯。

3.2.1 五氯酚 $\text{C}_6\text{Cl}_5\text{OH}$,化学纯。

3.2.2 五氯苯乙酸酯,色谱纯。

3.2.3 正己烷,正己烷经色谱测定无干扰峰,如有干扰峰存在,用全玻璃蒸馏器重新蒸馏,收集 $67.8\sim 69.8\text{ }^\circ\text{C}$ 的馏分。

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

3.2.5 浓硫酸 H_2SO_4 , $d=1.84$ 。

3.2.6 碳酸钾 K_2CO_3 ,使用时配制成 0.1mol/L 的溶液。

3.2.7 氢氧化钾 KOH 。

3.2.8 二氯甲烷 CH_2Cl_2 。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,备有电子捕获检测器,放射源 ^{63}Ni 或 ^3H 。

4.2 进样器, $10\mu\text{L}$ 微量注射器。

4.3 色谱柱。

4.3.1 色谱柱类型: