

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 73—2001

水质 丙烯腈的测定
气相色谱法

Water quality—Determination of Acrylonitrile—
Gas chromatography

2001-09-29 发布

2002-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

前 言

为了配合《污水综合排放标准》等有关标准的实施，制定本标准。

本标准适用于废水中丙烯腈的测定。

本标准为首次制订。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出并归口。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。

水质 丙烯腈的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了测定废水中丙烯腈的直接进样气相色谱法。

本标准适用于废水中丙烯腈的测定。

本方法最低检出限为 0.6 mg/L。

2 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

2.1 载气和辅助气

2.1.1 载气：高纯氮，纯度 99.99%。

2.1.2 燃烧气：氢气，纯度为 99.9%。

2.1.3 助燃气：空气。

2.2 配制标准样品使用的试剂

2.2.1 色谱标准物：丙烯腈，优级纯。

2.2.2 实验用水：确认不含丙烯腈的二次蒸馏水。

2.3 标准溶液的配制

2.3.1 储备溶液：称取 100 mg 丙烯腈 (2.2.1) 于盛有部分蒸馏水 (2.2.2) 的 100 ml 容量瓶中，用蒸馏水 (2.2.2) 定容并混匀。该储备溶液的浓度为 1 000 mg/L。

注意：在丙烯腈转移过程中，可用移液管或微量注射器；丙烯腈液体应直接滴入水中，不能和瓶颈接触，动作要快速。

2.3.2 中间溶液：用 10 ml 单标线吸管取储备溶液 (2.3.1) 10 ml，置于 100 ml 容量瓶中，用蒸馏水 (2.2.2) 定容。该中间溶液的浓度为 100.0 mg/L。

2.3.3 气相色谱分析用标准工作溶液

根据 GC 检测器的灵敏度及线性要求，用蒸馏水分别稀释中间溶液 (2.3.2)，配制成几种不同浓度的标准工作溶液，在 2~5℃ 避光储存，现用现配制。

3 仪器和设备

3.1 气相色谱仪：带氢火焰离子化检测器 (FID) 的气相色谱仪。

3.2 色谱柱

3.2.1 色谱柱类型：填充柱。

3.2.2 色谱柱材质：硬质玻璃柱，长 1 m；内径 2~3 mm。

3.2.3 色谱固定相：GDX-502 (60~80 目)，最高使用温度为 200℃。

3.2.4 色谱柱的老化：用较低的载气流速通入氮气，在 1 h 内升至 140℃，在此温度老化 8 h，在老化过程中注入较浓的标准样品。

3.2.5 色谱柱的柱效能和分离度：在本方法给定的色谱分析条件下，色谱柱分离度大于 0.9。

3.3 微量注射器：5 μl。

4 采样和样品保存

4.1 采样：用玻璃瓶采集样品，样品应充满瓶子，并加盖瓶塞，不得有气泡。

4.2 样品保存：采集水样后应尽快分析。如不能及时分析，可在 2~5℃ 冰箱中保存，不得超过 24 h。

5 色谱分析

5.1 色谱分析条件

5.1.1 载气流速：30 ml/min。

5.1.2 色谱柱温度：140℃。

5.1.3 汽化室及检测室温度：180℃。

5.1.4 记录仪

5.1.4.1 纸速：10 cm/h。

5.1.4.2 衰减：根据样品中被测组分的响应值大小，调节记录仪的衰减。

5.2 校准

5.2.1 定量方法：采用标准工作溶液单点外标峰高或峰面积计算法。

5.2.2 标准工作溶液

5.2.2.1 标准工作溶液的制备：见 2.3。

5.2.2.2 使用次数：使用标准工作溶液（2.3.3）周期性的重复校准，视色谱仪的稳定性决定重复校准周期的长短。

5.2.2.3 气相色谱分析时使用校准标样的条件

- a. 校准标样的进样体积与试样进样体积相同；响应值应接近试样的响应值。
- b. 调节仪器的重复性条件，一个样品连续注射进样测定两次，其峰高或峰面积相对偏差不大于 5%，即可认为仪器处于稳定状态。
- c. 校准标样与试样尽可能同时进行分析，直接与标准比较来测定。

5.2.3 校准数据的表示

试样中丙烯腈按式（1）校准：

$$X = \frac{A}{A_E} E \dots\dots\dots (1)$$

式中：X——试样中丙烯腈的含量，mg/L；

E——标准溶液中丙烯腈的含量，mg/L；

A——试样中丙烯腈的色谱峰高（mm）或峰面积；

A_E——标准溶液中丙烯腈的色谱峰高（mm）或峰面积。

5.3 试验

5.3.1 进样：微量注射器进样，进样量为 2.0 μl。

5.3.2 纸速：10 cm/h。

5.4 色谱图的考察

5.4.1 标准色谱图：标准色谱图见图 1，色谱条件见 5.1。

5.4.2 定性分析

5.4.2.1 保留值：以试样的相对保留时间和标样的相对保留时间相比较来定性。用作定性的保留时间窗口宽度以当天测定标样的实际保留时间变化为基准。

5.4.2.2 检验可能存在的干扰：可采用另外极性不同的色谱柱进行分离鉴定，如 GDX-102。

5.4.3 定量分析

5.4.3.1 色谱峰测量：峰高或峰面积。

5.4.3.2 计算：外标法。

水样中丙烯腈的浓度按下式计算：

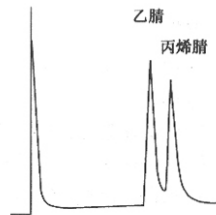


图 1 水中丙烯腈的标准色谱图

$$X = \frac{A}{A_E} E \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——水样中丙烯腈的浓度，mg/L；
 E——标样中丙烯腈的浓度，mg/L；
 A_E——标样测得丙烯腈的峰高（mm）或峰面积；
 A——水样测得丙烯腈的峰高（mm）或峰面积。

6 结果的表示

6.1 定性结果

6.2 根据标准色谱图中丙烯腈的相对保留时间确定被测试样中的丙烯腈。

6.3 定量结果

6.3.1 根据计算公式，计算出组分的含量，结果以1~3位有效数字表示。

6.3.2 精密度

4个实验室在地面水和工业废水中加入丙烯腈的标准溶液，测定平均值为0.9~116 mg/L的相对标准偏差为1.9%~6.7%。

6.3.3 准确度

4个实验室分别对工业废水进行加标回收率测定，测定平均值为0.9~177 mg/L的加标回收率为83.2%~118%。