

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 城市污水 苯系物(C<sub>6</sub>—C<sub>8</sub>)的测定 气 相 色 谱 法

CJ/T 64—1999

Municipal sewage—Determination of benzene  
series (C<sub>6</sub>—C<sub>8</sub>)—Gas chromatographic method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定城市污水中的苯系物。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中的苯系物分析和测定。

本方法最低检测浓度为苯 0.006 mg/L。

### 2 方法提要

样品中的苯、甲苯、乙苯、二甲苯及苯乙烯经二硫化碳萃取后,用气相色谱仪上的氢火焰离子化检测器进行分析测定。根据保留时间定性,根据峰高定量。

### 3 试剂和材料

3.1 重蒸馏水:普通蒸馏水加高锰酸钾呈紫色,在全玻璃蒸馏器中重蒸,贮于硬质玻璃容器中备用。

3.2 苯,分析纯。

3.3 无水硫酸钠,分析纯:在 300℃干燥箱中干燥 4 h,放入干燥器内冷却至室温,装入玻璃瓶备用。

3.4 二硫化碳,分析纯:色谱测定应无干扰峰,如有干扰峰参考附录 A 进行处理。

3.5 色谱标准物:苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、色谱标准级试剂。

3.6 色谱标准物:苯乙烯,纯度>99%。

3.7 色谱柱管:长度 3 m;内径 2~4 mm 的不锈钢管。

3.8 滤纸:直径 70 mm,用丙酮浸泡过夜晾干备用。

3.9 硅烷化玻璃棉。

3.10 气体

3.10.1 氮气:纯度 99.999%,用 5A 分子筛净化。

3.10.2 氢气:纯度>99.9%,用 5A 分子筛净化;氢气是可燃性气体,与空气混和有爆炸危险,务必遵守有关的安全管理规定。

3.10.3 空气:用 5A 分子筛净化。

3.11 单组分标准溶液

分别称取各种色谱标准物(3.5)和(3.6)20.0±0.1 mg,用水(3.1)在 100 mL 容量瓶中配成各种单组分标准溶液。在 4℃至多保存五天。

3.12 混合标准溶液

用无分度吸管吸取 7 种标准溶液(3.11),在 100 mL 容量瓶中,用水(3.1)稀释,配制成苯、甲苯浓度为 1.0、2.0、4.0、10.0 mg/L;乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯浓度为 2.0、4.0、10.0、

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

20.0 mg/L的混合标准溶液 4 个,该标准溶液用时现配。

#### 4 仪器

4.1 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器。

4.2 积分记录仪。

4.3 微量进样器:10  $\mu$ L。

4.4 填充色谱柱

4.4.1 载体:101 白色载体,80~100 目。

4.4.2 固定液:邻苯二甲酸二壬酯、有机皂土—34。

4.4.3 固定液的涂渍

称取过筛的载体(4.4.1)10.0 g,在红外线快速干燥器内干燥 2 h,称取 0.50 g 有机皂土—34,置于烧杯中,加入少量苯(3.2),使之溶解。加入 0.50 g 邻苯二甲酸二壬酯,全部溶解后,溶液呈黄色半透明混浊状,加入适量苯(3.2),摇匀后,倒入冷却了的载体,使载体刚好浸没在溶液中,轻轻摇动容器,让溶剂挥发,即涂渍完毕。最后在红外线快速干燥器内干燥 2 h,使载体呈疏松颗粒状。

4.4.4 填充方法

将清洗过的色谱柱管(3.7)一端用硅烷化玻璃棉(3.9)塞住,接真空泵,柱管的另一端接一漏斗,开启真空泵,将涂渍好固定液的载体慢慢倒入漏斗,同时轻轻敲击柱管,使固定相在柱内填充紧密,填充完毕后用硅烷化玻璃棉(3.9)塞住色谱柱的另一端。在色谱柱和真空泵之间应连接缓冲瓶。

4.4.5 色谱柱的老化

将填充完毕的色谱柱接入气相色谱仪,在 100℃和低流速氮气下老化 48 h 以上。

4.4.6 色谱柱的分离度

在色谱工作条件下分离度应大于 1.0。

4.5 仪器工作条件

4.5.1 载气流量:30 mL/min。

4.5.2 氢气流量:30 mL/min。

4.5.3 空气流量:450 mL/min。

4.5.4 气化室温度:150℃。

4.5.5 柱室温度:80℃。

4.5.6 检测器温度:150℃。

注:分析者可以根据不同型号的色谱仪,修改 4.5.1~4.5.6 条。

4.5.7 积分记录仪

4.5.7.1 衰减:根据样品中被测组分的含量调节。

4.5.7.2 纸速:5 mm/min 或 10 mm/min。

#### 5 样品

5.1 采样

采样时将样品装满玻璃试剂瓶,立即盖紧瓶塞,样品内不应留有气泡。

5.2 样品保存

如不立即分析,允许在 4℃保存 24 h。

#### 6 分析步骤

6.1 测定

6.1.1 苯系物的萃取

取实验室样品 100 mL 作为试料,置于 125 mL 锥形分液漏斗中,加入 5.0 mL 二硫化碳(3.4),振摇 2 min。静置分层后放出二硫化碳层,通过装有滤纸(3.8)和无水硫酸钠(3.3)的小漏斗,二硫化碳提取液收集于具塞试管,供色谱分析。

#### 6.1.2 色谱分析的进样操作

用二硫化碳(3.4)清洗进样器数次,待干后,再用待分析的二硫化碳提取液清洗进样器数次,然后准确抽取 5.0  $\mu$ L,迅速注入色谱仪的进样口,并立即将进样器拔出。抽取样品时注意排出所有的气泡。

#### 6.1.3 定性分析

##### 6.1.3.1 标准物的色谱图见图 1。

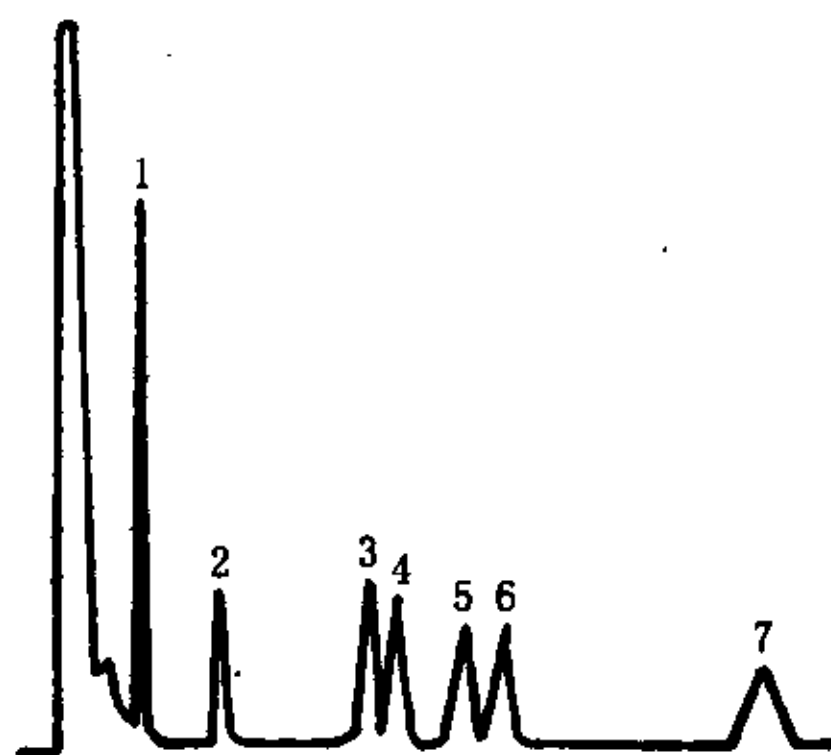


图 1 标准物的色谱

##### 6.1.3.2 组分出峰次序:苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯。

##### 6.1.3.3 定性的依据

在已排除干扰的情况下,未知物峰的保留时间与标准物峰的保留时间相差在 3%~5% 的范围内,即认为该未知物和相应的标准物是同一物质。

#### 6.1.4 定量分析

根据定性的结果,由峰高值在相应组分的工作曲线上查出该组分的浓度(mg/L)。

#### 6.2 工作曲线

##### 6.2.1 混合标准溶液中苯系物的萃取

按 6.1.1 条进行操作,得到 4 个不同浓度的苯系物的二硫化碳提取液,成为一个色谱校准系列。

##### 6.2.2 工作曲线的绘制

在给定的色谱条件下,对校准系列的各个溶液按浓度由低到高的次序进行色谱分析。对各个组分,分别以浓度为横坐标,峰高为纵坐标作图,得到各个组分的工作曲线。

### 7 分析结果的表述

#### 7.1 定性结果

根据标准物的保留时间确定被测样品中存在的苯系物组分名称。

#### 7.2 定量结果

在工作曲线上查出各组分的浓度(mg/L),结果精确至 0.1 mg/L。

### 8 精密度

3 个实验室用本方法测定结果的总相对标准偏差为:

组分(mg/L)	苯 0.40	甲 苯 0.40	乙 苯 0.60	对-二甲苯 0.60	间-二甲苯 0.60	邻-二甲苯 0.60	苯乙烯 0.60
相对标准偏差(% , n=6)	7.1	7.9	4.9	4.5	5.2	5.8	3.8

附录 A  
二硫化碳的提取  
(参考件)

在 500 mL 分液漏斗中加入 200 mL 二硫化碳和 50 mL 浓硫酸,然后用分液漏斗将 50 mL 浓硝酸分三次逐滴加入。每次滴加后摇动 500 mL 分液漏斗 5 min(注意放气),静置 5 min,如此交替进行,直至硝酸加完。待静置分层后弃去酸层。用 10% 碱液中和残留在有机相中的酸,水洗至中性,弃去水相,有机相在水浴中重蒸,收集 46~47℃ 馏分,经色谱检验在苯系物出峰处无杂峰,才能使用。

---

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人沈培明。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。