



# 中华人民共和国国家标准

GB ××××-××××

代替 GB 4919-1985

---

## 水质 总硝基化合物的测定 气相色谱法

Water quality—Determination of total nitrocompounds—

Gas chromatography

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

---

国家质量监督检验检疫总局

环 境 保 护 部

发布

# 目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 术语和定义.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	2
5 仪器和设备.....	2
6 干扰及消除.....	2
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	5
10 精密度和准确度.....	5

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范梯恩梯生产废水中总硝基化合物的监测方法，制定本标准。

本标准规定了梯恩梯生产废水及排放废水中一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯及其异构体等硝基化合物的气相色谱测定方法。

本标准首次发布于 1985 年，本次为第一次修订。修订的主要内容：

- 用毛细管柱代替填充柱，并对色谱条件进行了相应的改变；
- 修改萃取的有机溶剂及用量；
- 细化硝基化合物标准溶液的配制和定量；
- 改变了测定 2, 4, 6-三硝基苯甲酸的方法；

自本标准实施之日起，《工业废水 总硝基化合物的测定 气相色谱法》(GB 4919-1985) 废止。

本标准为指导性标准。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：青岛市环境监测中心站。

本标准自 200□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 水质 总硝基化合物的测定 气相色谱法

## 1 适用范围

本标准规定了地表水、地下水、梯恩梯生产废水及其他工业废水中一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯及其异构体等主要硝基化合物的气象色谱测定法。

本标准适用于地表水、地下水、梯恩梯生产废水及其他工业废水总硝基化合物的测定，本标准不适用于水中硝基化合物的盐的测定。

取样量为 500mL 时，方法检出限和测定下限见表 1。

表 1 方法检出限及测定下限 单位：mg/L

化合物名称	检出限	测定下限
硝基苯	0.002	0.008
邻一硝基甲苯	0.002	0.008
间一硝基甲苯	0.002	0.008
对一硝基甲苯	0.001	0.006
2, 4—二硝基甲苯	0.001	0.006
2, 6—二硝基甲苯	0.002	0.006
2, 4, 6—三硝基甲苯	0.001	0.004
1, 3, 5—三硝基苯	0.002	0.009
2, 4, 6—三硝基苯甲酸	0.004	0.014

## 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

**总硝基化合物**

指一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯及其异构体和 2, 4, 6—三硝基苯甲酸等硝基化合物的统称。

## 3 方法原理

用二氯甲烷萃取废水中的硝基化合物，然后用毛细管色谱柱进行分离，用氢

火焰检测器（FID）测定。由于 2,4,6-三硝基苯甲酸水溶性强，有机试剂无法萃取，并且 2,4,6-三硝基苯甲酸加热转化为 1,3,5-三硝基苯，为此，将二氯甲烷萃取后的水样进行加热，再用二氯甲烷萃取单独测定三硝基苯甲酸。

## 4 试剂和材料

### 4.1 载气和辅助气体

4.1.1 载气：氮气，纯度 99.99%。

4.1.2 燃烧气：氢气，纯度 99.99%。

4.1.3 助燃气：空气。

### 4.2 试剂和标准溶液

4.2.1 二氯甲烷（ $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ）：分析纯，经色谱测定无干扰峰。

4.2.2 乙酸乙酯（ $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ ）：分析纯，经色谱测定无干扰峰。

4.2.3 无水硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ）：分析纯，使用时在 350℃ 马氟炉中灼烧 4 小时，冷却至室温，装入玻璃瓶中备用。

4.2.4 硝基化合物标准溶液：可直接购买 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液，在 4℃ 密闭避光保存。

4.2.5 三硝基苯甲酸标准溶液：固体颗粒。使用时，用乙酸乙酯溶解，配制浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准溶液，在 4℃ 密闭避光保存，一周内有效。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：带有氢火焰检测器。

5.2 色谱柱：石英毛细管色谱柱，30m $\times$ 0.32mm(内径) $\times$ 0.25 $\mu\text{m}$ （膜厚），固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷。

5.3 氮吹仪。

5.4 分液漏斗：500 mL。

5.5 锥形瓶：1000 mL。

## 6 干扰及消除

所使用的溶剂、试剂、玻璃器皿、采样器等不洁将会污染样品，出现的杂峰

有可能干扰测定，这些干扰可通过实验空白确定。必要时，可通过提纯试剂和清洗玻璃器皿消除干扰。

## 7 样品

### 7.1 采集与保存

采集 1000mL 水样于玻璃瓶中，若水样不能在 24 小时内进行测定，必须加入硫酸调至  $\text{pH} \leq 3$ 。样品必须在 7 天内萃取，萃取后应在 30 天内进行分析，萃取液 4℃ 下避光保存。

### 7.2 试样的制备

#### 7.2.1 硝基化合物的萃取

取 500mL 水样（含量高时，酌情少取），加入 5mL 二氯甲烷，振荡 3min（排气 2~3 次），放置 3min 后，收集下层萃取液；重复二次，合并萃取液。通过盛有 3g 左右经灼烧的无水硫酸钠的漏斗脱水，收集滤液，用氮吹仪定容至 1mL，待测定硝基化合物。

#### 7.2.2 三硝基苯甲酸萃取

将 7.2.1 经二氯甲烷萃取后的水样，转移至 1000 mL 锥形瓶中，在电炉上加热沸腾 20 分钟（保持水样量不低于 100mL），取下冷却至室温。重复 7.2.1 的操作步骤，待测定三硝基苯甲酸。

## 8 分析步骤

### 8.1 色谱分析条件

8.1.1 检测器温度：250℃。

8.1.2 汽化室温度：230℃。

8.1.3 色谱柱温度：60℃ 保持 4min，以 20℃/min 升温至 220℃，保持 3min。

8.1.4 氢气流速：30mL/min。

8.1.5 空气流速：400mL/min。

8.1.6 进样量 1.0μL。

### 8.2 校准曲线的绘制

8.2.1 各硝基化合物使用外标曲线法进行定量，用二氯甲烷将各硝基化合物标

准溶液稀释成浓度为 2 $\mu$ g/mL、5 $\mu$ g/mL、10 $\mu$ g/mL、20 $\mu$ g/mL、30 $\mu$ g/mL，进气相色谱分析，曲线的相关系数应 $\geq 0.999$ 。

8.2.2 三硝基苯甲酸使用外标曲线法进行定量，用乙酸乙酯将三硝基苯甲酸标准溶液稀释成浓度为 5 $\mu$ g/mL、10 $\mu$ g/mL、20 $\mu$ g/mL、30 $\mu$ g/mL、40 $\mu$ g/mL，进行气相色谱分析，曲线的相关系数 $\geq 0.999$ 。

### 8.3 样品测定

样品分析前，应建立各硝基化合物保留时间窗口，即在 72 小时内进行 3 次标准分析，保留时间窗口为  $t \pm 3S$ 。t 为 3 次标准分析的保留时间平均值，S 为 3 次标准分析的标准偏差。当样品分析时各待测物保留时间应在相应的窗口内。

水样按预处理方法处理后，在与校准曲线相同的条件下，用微量注射器进样 1.0 $\mu$ L 进行测定。

硝基化合物标准色谱图见图 1、图 2。

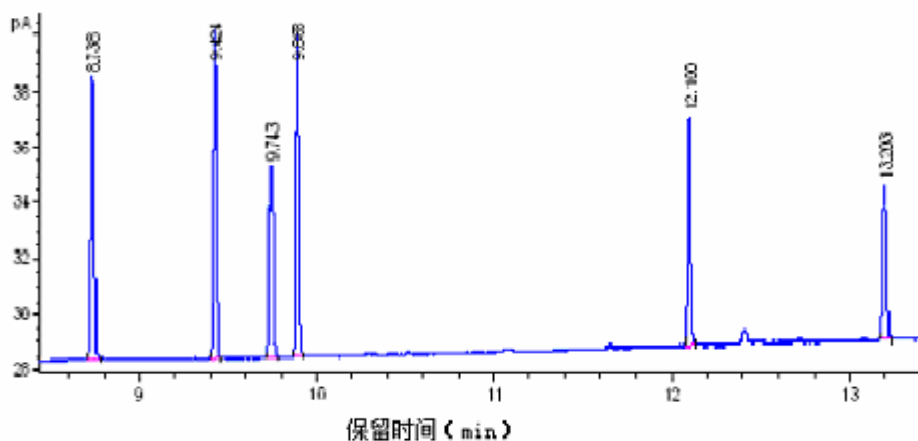


图 1 硝基化合物标准色谱图

8.738min-硝基苯；9.424min-邻-硝基甲苯；9.743min-间-硝基甲苯；  
9.888min-对-硝基甲苯；12.100min-2,4-二硝基甲苯；13.203min-2,4,6-三硝基甲苯

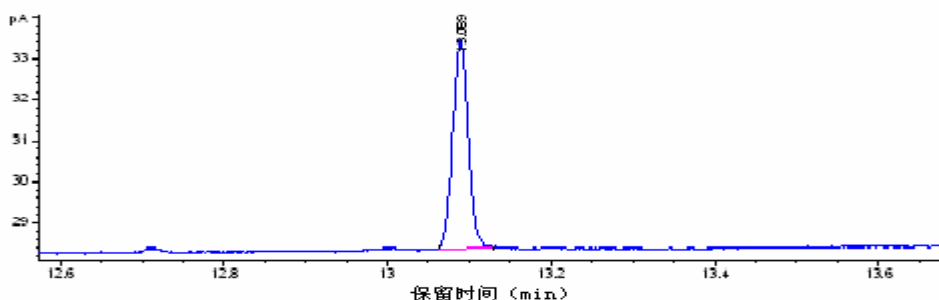


图 2 1,3,5-三硝基苯和 2,4,6-三硝基苯甲酸标准色谱图

13.089min-1,3,5-三硝基苯、2,4,6-三硝基苯甲酸

## 9 结果计算

9.1 废水中硝基化合物各组分浓度，按式（1）计算。

$$C_{\text{样}} = C_{\text{标}} / K \quad (1)$$

式中：

$C_{\text{样}}$ —废水中硝基化合物含量，mg/L；

$C_{\text{标}}$ —由曲线计算所得的浓度值，mg/L；

$K$ —水样浓缩倍数。

9.2 废水中总硝基化合物浓度，按式（2）计算。

$$Y = \sum C_{\text{样}} \quad (2)$$

式中：

$Y$ —废水中总硝基化合物浓度，mg/L；

$C_{\text{样}}$ —废水中各组分浓度，mg/L。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

浓度大于 1mg/L 的样品测定时，测定结果的相对偏差不大于 10%，浓度小于 1mg/L 的样品测定时，测定结果的相对偏差不大于 15%。

### 10.2 准确度

清洁水样加标回收率为 85.0%~115%。

---