

气相色谱法测定水质中的黄磷

江婷, 陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 以甲苯萃取水样中的黄磷, 萃取液经色谱柱分离后, 用火焰光度检测器 (FPD) 检测, 根据色谱峰的保留时间定性, 外标法定量。

关键词: 气相色谱法; 水质; 黄磷

1 参考标准

《水质 黄磷的测定 气相色谱法》(HJ 701-2014)

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 黄磷标准贮备液, 1000mg/L

2.1.2 甲苯, 色谱纯

2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus-FPD 气相色谱仪

2.2.2 FL1092T 自动进样器 (选配)

2.2.3 HP-5/30m*0.53mm*1.5 μ m

2.2.4 分液漏斗: 量程 500ml

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

黄磷标准使用液: 准确量取黄磷标准贮备液 10 μ l 于样品瓶, 加入 990 μ l 甲苯摇匀, 待用。

第一级标准溶液 (2400 μ g/L): 准确移取黄磷标准使用液 240 μ l, 加入 760 μ l 甲苯, 摇匀, 待测。

第二级标准溶液 (1200 μ g/L): 准确移取 500 μ l 第一级标准溶液, 加入 500 μ l 甲苯, 摇匀, 待测。

第三级标准溶液 (400 μ g/L): 准确移取 400 μ l 第二级标准溶液, 加入 800 μ l 甲苯, 摇匀, 待测。

第四级标准溶液 (100 μ g/L): 准确移取第三级标准溶液 250 μ l, 加入 750 μ l 甲苯, 摇匀, 待测。

第五级标准溶液（30 $\mu\text{g/L}$ ）：准确移取第四级标准溶液 300 μl ，加入 700 μl 甲苯，摇匀，待测。

第六级标准溶液（10 $\mu\text{g/L}$ ）：准确移取第五级标准溶液 400 μl ，加入 800 μl 甲苯，摇匀，待测。

3.2 样品溶液配制

量取 250ml 自来水于 500ml 分液漏斗中，加入 10.0ml 甲苯（2.1.2），拧紧盖塞，振摇 4min，放气，静置 5-10min，分层弃去下层水相，收集萃取液。

3.3 加标样品配制

量取 250ml 样品于 500ml 分液漏斗中，加入黄磷标准使用液 80 μl ，再加入 10.0ml 甲苯（2.1.2），拧紧盖塞，振摇 4min，放气，静置 5-10min，分层弃去下层水相，收集萃取液。

4 测定

4.1 色谱条件

4.1.1 进样口 230 $^{\circ}\text{C}$

4.1.2 柱温：80 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2.5min，以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 230 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5min。

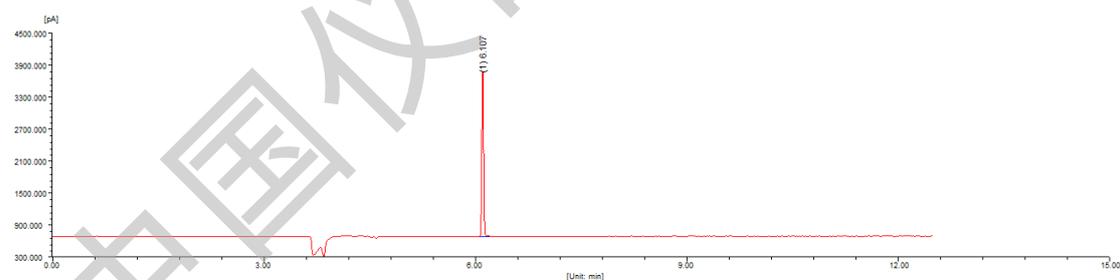
4.1.3 检测器 250 $^{\circ}\text{C}$

4.1.4 恒流：2.5ml/min

4.1.5 分流比 10:1

4.1.6 进样量 1 μl

4.2 典型谱图



1-黄磷

图 1 400 $\mu\text{g/L}$ 黄磷标样谱图

4.3 重复性实验

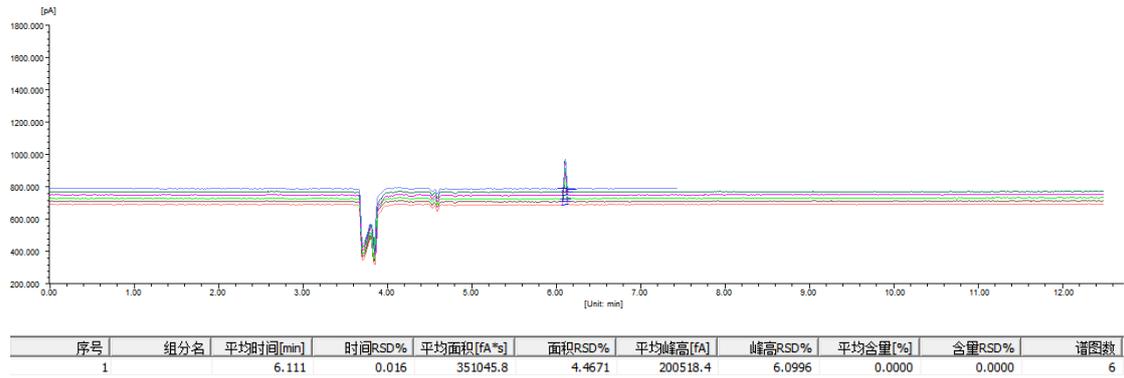


图 2 30 µg/L 黄磷标样重复性谱图

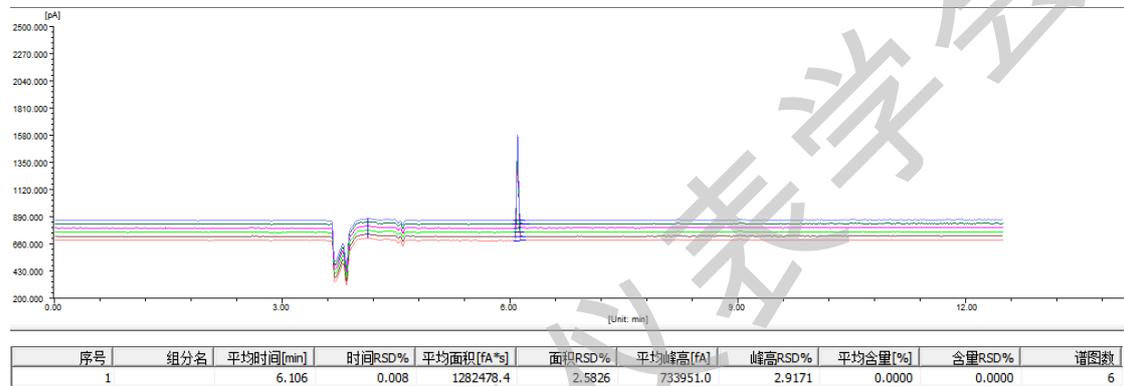


图 3 100 µg/L 黄磷标样重复性谱图

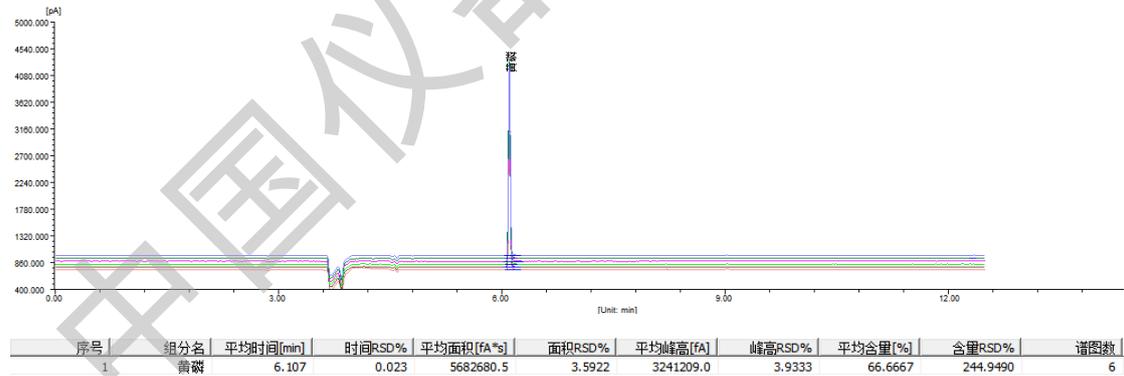
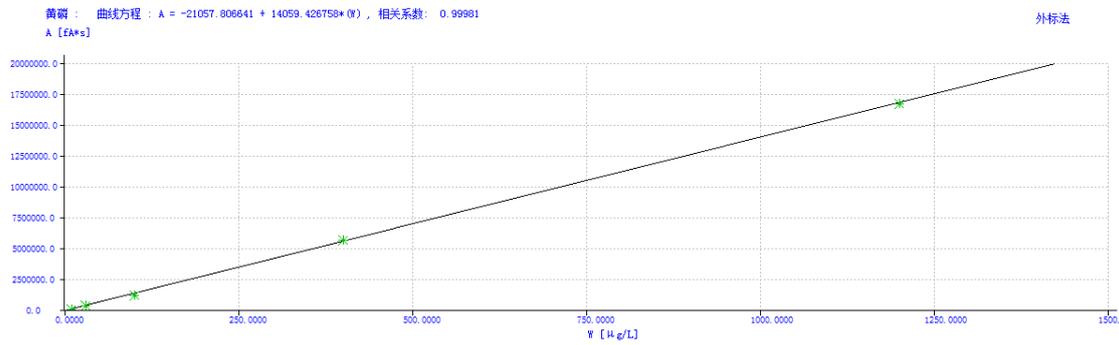


图 4 400 µg/L 黄磷标样重复性谱图

4.4 标准曲线



4.5 检出限

在取样量为 250ml，本方法的检出限、定量限如下表所示：

组分名	含量 [μg/L]	MDL [μg/L]	检出限 [μg/L]	定量限 [μg/L]						
黄磷	9.82	10.04	9.64	9.62	9.97	9.39	9.75	0.6975	0.0279	0.118

4.6 样品谱图

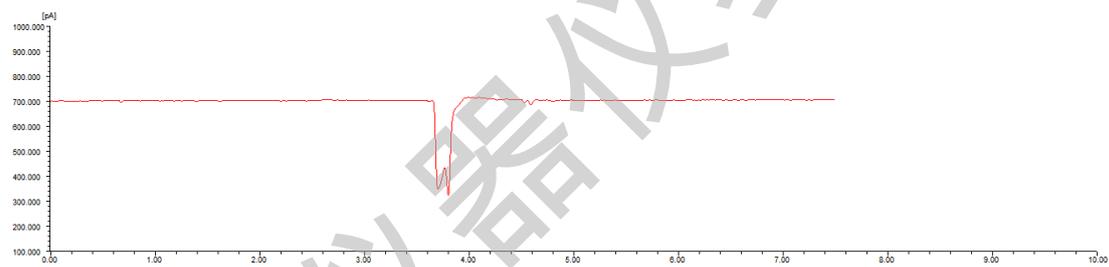


图 5 自来水样品谱图

样品中未检测出黄磷。

4.7 加标回收率

序号	水	加标量[μg/L]	测定值[μg/L]	加标回收率%	加标回收率范围%
1	未检出	80	67.65	84.56	84.56-101.05
2	未检出	80	71.74	89.62	
3	未检出	80	64.67	80.83	
4	未检出	80	74.45	93.06	
5	未检出	80	80.14	101.05	
6	未检出	80	78.13	97.67	

中国仪器仪表学会