

UDC 614.777 : 543.42 : 532.95
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB 7492—87

水质 六六六、滴滴涕的测定 气相色谱法

Water quality—Determination of
BHC and DDT—Gas chromatography

1987-03-14 发布

1987-08-01 实施

国家环境保护局发布

中华人民共和国国家标准

水质 六六六、滴滴涕的测定 气相色谱法

UDC 614.777
: 543.42
: 532.95
GB 7492—87

Water quality—Determination of
BHC and DDT—Gas chromatography

1 适用范围

本标准适用于地面水、地下水以及部分污水中六六六、滴滴涕的分析。

本方法用石油醚萃取水中六六六、滴滴涕，净化后用带电子捕获检测器气相色谱仪测定。当所用仪器不同时，方法的检出范围不同。 γ -六六六通常检测至4 ng/L，滴滴涕可检测至200 ng/L。

样品中的有机磷农药、不饱和烃以及邻苯二甲酸酯等有机化合物在电子捕获鉴定器上也有响应，这些干扰物质可用浓硫酸除掉。

2 试剂和材料

2.1 载气

氮气：纯度99.9%，氧的含量小于5 ppm，用装5 A分子筛净化管净化。

2.2 配制标准样品和试样预处理时使用的试剂和材料。

2.2.1 石油醚：沸程30~60℃或60~90℃，浓缩20倍后色谱测定无干扰峰，如有干扰需用全玻璃蒸馏器重新蒸馏。

2.2.2 浓硫酸 (H_2SO_4)： $\rho = 1.84 g/ml$ 。

2.2.3 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：在300℃烘箱中烘烤4 h，放入干燥器中冷却至室温，装入玻璃瓶备用。

2.2.4 硫酸钠 ($Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$)：20 g/L溶液，使用前用石油醚提取三次，溶液与石油醚之比为10:1。

2.2.5 异辛烷 (C_8K_{18})。

2.2.6 苯 (C_6H_6)：优级纯。

2.2.7 色谱标准物： α -六六六、 γ -六六六、 β -六六六、 δ -六六六、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT，纯度为95~99%。

2.2.8 储备溶液：称取每种标准物(2.2.7)100 mg，准确至1 mg，溶于异辛烷(2.2.5)(β -六六六，先用少量苯溶解)，在容量瓶中定容至100 ml。在4℃可储存一年。

2.2.9 中间溶液：用移液管量取八种储备溶液，移至100 ml容量瓶中，用异辛烷(2.2.5)稀释至刻度。八种储备液量取的体积比为 $V_{\alpha-\text{六六六}} : V_{\gamma-\text{六六六}} : V_{\beta-\text{六六六}} : V_{\delta-\text{六六六}} : V_{\text{PP}'-\text{DDE}} : V_{\text{OP}'-\text{DDT}} : V_{\text{PP}'-\text{DDD}} : V_{\text{PP}'-\text{DDT}} = 1 : 1 : 3.5 : 1 : 3.5 : 5 : 3 : 8$ 。

2.2.10 气相色谱用标准工作溶液，根据检测器的灵敏度及线性要求。用石油醚(2.2.1)稀释中间溶液，配制几种浓度的标准工作溶液，在4℃可储存2个月。

2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料

2.3.1 色谱柱和填充物参考3.6的有关内容。

2.3.2 涂渍固定液所用溶剂：丙酮。