

## 附录O 固体废物 可回收石油烃总量的测定 红外光谱法

### 1 范围

本方法适用于土壤、水体和废物介质中 Aldicarb (Temik), Aldicarb Sulfone, Carbaryl (Sevin), Carbofuran (Furadan), Dioxacarb, 3-Hydroxycarbofuran, Methiocarb (Mesuro), Methomyl (Lannate), Promecarb, Propoxur (Baygon)等 10 种 N-甲基氨基甲酸酯的红外光谱测定。

本方法适用于固体废物中由超临界色谱法可提取的石油烃总量 (TRPHS) 的测定。本方法不适用于测定汽油或其它挥发性组分。

本方法可检测浓度 10mg/L 的提取物。当提取 3g 样品时 (假设提取率为 100%), 则折合对土壤的检测浓度为 10mg/Kg。

### 2 原理

样品用 SFE 提取, 干扰物质用散装的硅胶除去, 或者通过硅胶固相提取小柱。样品通过与标准样品对比红外光谱方法 (IR) 分析。

### 3 试剂和材料

3.1 四氯化碳, 光谱级。

3.2 对照品油混合物原料, 光谱级。

3.2.1 正十六烷。

3.2.2 异辛烷。

3.2.3 氯苯。

3.3 硅胶

3.3.1 硅胶固相提取小柱 (40 $\mu$ m 粒度, 60 A pores), 0.5g。

3.3.2 硅胶, 60-200 目 (用 112% 的水去活)。

3.4 校正混合物

3.4.1 对照品油, 取 15.0ml 正己烷, 15.0ml 异辛烷和 10.0ml 氯苯, 加入一个 50ml 带玻璃塞的瓶中。盖紧瓶塞以避免样品挥发损失。在 4 $^{\circ}$ C 下保存。

3.4.2 储存标准样品, 取 0.5ml 上述对照品油 (3.4.1), 加入 100ml 已称重的容量瓶中, 立即盖紧瓶盖。称重, 并用四氯化碳稀释到刻度。

3.4.3 工作标准溶液, 根据比色皿大小, 取适量储备标准样品放入 100ml 容量瓶中。用四氯化碳稀释至刻度。根据储备标准样品浓度, 计算工作标准溶液浓度。

### 3.5 硅胶净化的校正

3.5.1 取玉米油和矿物油各 1ml(0.5-1 g)，置于 100ml 已称重的容量瓶中，制成玉米油和矿物油的储备液。称重，精确到毫克。用四氯化碳稀释至刻度，摇匀，溶解使所有内容物溶解。

3.5.2 根据需要，制备目标浓度的稀释液。

3.5.3 将 2ml (或适当体积)稀释的玉米油/矿物油样品加入样品瓶。再加入 0.3g 散装硅胶，将混合物振摇 5 分钟，或通过含硅胶填料 0.5g 的固相提取小柱。若使用固相提取小柱，需将小柱事先用 5ml 四氯化碳活化。用四氯化碳洗脱，收集 3ml 洗脱液。如果使用散装硅胶，需要将提取液用洗净的玻璃毛过滤（用一次性玻璃吸液管）。

3.5.4 将上述洗脱液或提取液加入洁净的红外比色皿中。在 2800-3000cm<sup>-1</sup>（烃）和 1600-1800cm<sup>-1</sup>（酯）波数下，确定那一洗脱流分中烃类被洗脱出来且没有玉米油的存在。如果扫描的结果显示硅胶的吸附能力过强或者不足（玉米油与目标烃类一同在提取液中），则需选择新的硅胶或固相提取小柱。

## 4 仪器

4.1 红外光谱仪，扫描型或固定波长型，可在 950cm<sup>-1</sup> 附近进行扫描。

4.2 比色皿，10mm, 50mm, 和 100mm 规格，氯化钠或 IR-级玻璃。

4.3 磁力搅拌器，带表面材质 PTFE 的搅拌棒。

## 5 分析步骤

5.1 采用液-液萃取或正向固相萃取方法制备样品。

5.2 将 0.3g 散装硅胶加入提取液，振摇混合物 5 分钟，或者将提取液通过含硅胶填料 0.5g 的固相提取小柱（小柱事先用 5ml 四氯化碳活化）。如果使用散装硅胶，需要将提取液用洗净的玻璃毛过滤（用一次性玻璃吸液管）。

5.3 硅胶净化后，将溶液加入红外比色皿，确定提取液的吸光度。如果吸光度超过红外光度计的线性范围，则需将样品进行适当稀释之后重新分析。通过重复净化和分析过程，亦可以判断硅胶的吸附能力是否过强。

5.4 选择适当浓度的工作标准溶液，并根据浓度选择合适大小的比色皿(可参考如下范围):

池长(mm)	浓度范围(μg/ml,提取液)	体积(ml)
10	5 ~ 500	3
50	1~100	15
100	0.5~ 50	30

5.5 用一系列工作标准溶液和适当的比色皿校正仪器。在约 2950cm<sup>-1</sup> 的最大波数下直接确定每一溶液吸光度，作石油烃浓度对吸光度的校正曲线。

## 6 结果计算

样品中 TRPHs 的浓度以下式计算:

GB 5085.6—2007

$$\text{浓度} = \frac{R \times D \times V}{W}$$

式中：R——TRPHs 的浓度，单位为 mg/ml，根据校正曲线获得 t；V——提取液体积，单位为 ml；D——提取液稀释因子，可能使用；W——固体样品的重量，单位为 kg。