

# 污水中三氯乙醛(水合氯醛) 气相色谱分析方法的研究

中国科学院环境化学研究所有机分析室

三氯乙醛是农药厂排放污水中,对农作物危害较大的一种污染物。在分析化学、药物学和毒物学中,已建立了一系列测定混合物中三氯乙醛的分析方法<sup>[1]</sup>。采用吡啶—碱法灵敏度低,易受污水中某些杂质干扰。Garrett E. R.<sup>[2]</sup>和 Anderson R. J.<sup>[3]</sup>等,分别用电子捕获鉴定器的气相色谱法,测定水、尿和动植物组织中的三氯乙醛,灵敏度为 0.25 毫克/升和 0.1 ppm。北京化工研究所和北京农药二厂协作,用 SP-2305-E 型色谱仪测定污水中三氯乙醛灵敏度较高;所用萃取剂甲苯的回收率为 46% 左右;工作曲线的线性范围约为  $10^3$ 。

我们在北京化工研究所的试验基础上采用石油醚、乙醚混合溶剂作萃取剂,萃取率一般为  $100 \pm 3\%$ ,最小检出量为 0.001 毫微克水合氯醛。色谱测定中采用自制电子捕获鉴定器配以自制脉冲电源可以使标准曲线的线性范围增大到  $10^3$ 。试验中采用正交优选法<sup>[4]</sup>来确定色谱的最佳操作条件。此外,对 DDT 农药废水中可能存在的某些杂质的影响也进行了观察。除用分液漏斗法进行常量(100 毫升水样)操作外,还试用(10 毫升)离心管法进行 2 毫升水样的测定,可以缩短测定周期和节约试剂,其准确度与常量法无大差异。色谱质谱联用试验说明水合氯醛在试验条件下能脱水,色谱峰中主要为无水的三氯乙醛。

## 实 验 方 法

### (一) 仪器:

Sp-2305E 气相色谱仪,北京市分析仪器厂。配以本所自制氚钨源电子捕获鉴定器、脉冲电源\*。

### 色谱条件:

色谱柱:长 2 米,内径约 4 毫米玻璃柱。

固定相:10% 硅油 I,101 酸洗白色担体(80—100 目),上海试剂厂。

温度:色谱柱 105℃,气化室 120—130℃,鉴定器 130℃。

载气:高纯氮,柱前压力 2 公斤/厘米<sup>2</sup>,流速 40 毫升/分。

清洗气:同载气,流速 10 毫升/分。

极化电压:9 伏(4 伏—20 伏)。

### (二) 试剂:

水合氯醛:分析纯,北京化工厂。

石油醚:沸程 60—90℃,分析纯,北京红星化工厂。

乙醚:分析纯,北京红星化工厂。

氯化钠:分析纯,北京化工厂。

无水硫酸钠:分析纯,北京化工厂,用前于 110℃ 烘二小时。

混合溶剂:石油醚和乙醚 2:1(体积比)。

\* 电子捕获鉴定器为本所电子捕获鉴定器三结合试制小组制作<sup>[5]</sup>。脉冲电源为本所技术室俞楚明同志制作。

水合氯醛标准溶液: 1000 毫克/升。

### (三) 操作步骤及试验方法:

#### 1. 预处理

取污水样后, 立即用稀硫酸 (20%) 或  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  调节 pH 为 6—7, 分析前将此水样稀释至三氯乙醛浓度约为 0.1—1 毫克/升, 若低于上述浓度可不稀释。

#### 2. 萃取操作

(1) 分液漏斗萃取法: 取稀释后的水样 100 毫升置于 250 毫升分液漏斗中, 加入 20 毫升石油醚预萃除去高沸点杂质, 用移液管自水相取 10 毫升溶液, 于 100 毫升分液漏斗中加 4 克氯化钠, 以混合溶剂萃取 3 次, 每次 15 毫升。萃取液用无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  干燥后合并并在 50 毫升容量瓶内, 稀释至刻度, 摇匀后色谱进样。

(2) 离心管萃取法: 取 2 毫升水样于 10 毫升带磨口塞的离心管中, 用 0.5 毫升石油醚预萃除去高沸点杂质, 经离心机离心 (1 分钟) 分相后, 用吸管除去石油醚层, 之后加入 0.8 克氯化钠, 以混合溶剂萃取三次, 每次 3 毫升, 振摇各一分钟。萃取液用吸管移入 10 毫升容量瓶内稀释至刻度, 摇匀后色谱进样。

3. 标准曲线: 将 1000 毫克/升的水合氯醛标准溶液, 用混合溶剂逐级稀释成浓度为 0.2, 0.1, 0.05, 0.02, 0.01, 0.005, 0.002, 0.001 毫克/升的标准溶液系列, 分别取 1 微升色谱进样, 以测得的峰高为纵坐标, 以水合氯醛含

量为横坐标, 绘制标准曲线。

4. 萃取率测定: 另配制水合氯醛标准水溶液系列, 取标准水样按上述步骤进行分析, 用标准曲线法或外标法求出各浓度下的萃取率。

## 结果和讨论

### (一) 萃取剂的选择:

对苯、甲苯、环己烷、己烷、乙醚、石油醚等作为萃取剂进行了比较, 发现用一定比例的石油醚—乙醚混合溶剂能获得较满意的结果。表 1 和图 1 表示了不同配比的石油醚—乙醚混合溶剂的萃取率比较。

根据以上结果, 我们选取石油醚含量较

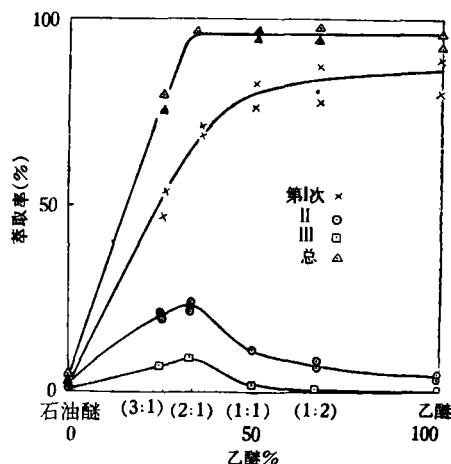


图 1 以石油醚—乙醚混合溶剂系列作萃取剂时的萃取率 (1 毫克/升水合氯醛)

表 1 以石油醚—乙醚混合溶剂系列作萃取剂的萃取率

| 萃 取 剂       | 1.00 毫克/升水合氯醛的萃取率 % |        |         |         | 0.10 毫克/升水合氯醛的萃取率 % | 备 注                           |
|-------------|---------------------|--------|---------|---------|---------------------|-------------------------------|
|             | 第 I 次               | 第 II 次 | 第 III 次 | 总       |                     |                               |
| 乙 醚         | 90                  | 4.5    | 0.3     | 95±2    | 102±8               | 负 峰 多<br>基 线 斜<br><br>基 线 较 平 |
| 石油醚:乙醚(1:2) | 84                  | 7.8    | 0.5     | 97±2    | 91±2                |                               |
| 石油醚:乙醚(1:1) | 80                  | 11     | 1.5     | 97±1    | 92±1                |                               |
| 石油醚:乙醚(2:1) | 70                  | 23     | 8.8     | 97±0    | 101±1               |                               |
| 石油醚:乙醚(3:1) | 49                  | 20     | 6.4     | 78±2    | 74±0                |                               |
| 石 油 醚       | 2.1                 | 0.8    | 1.2     | 3.7±0.4 | 3±0.5               |                               |

初萃损失: 1.00 毫克/升水合氯醛水样: 0.8%,  
0.10 毫克/升水合氯醛水样: <1.0%.

高而萃取率仍高的2:1混合溶剂进行三次萃取,作了进一步研究。

混合溶剂和水合氯醛的色谱图如图2所示。

不同浓度水合氯醛水样用2:1石油醚-乙醚混合溶剂萃取结果见表2。

从表2可见在所取的水合氯醛浓度范围内,石油醚-乙醚(2:1)混合溶剂的萃取率平均为100±3%。离心管法的结果与分液漏斗法的结果一致,且在用离心管法时,如操作谨慎,在

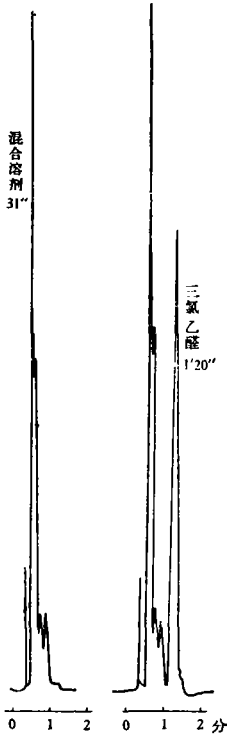


图2 混合溶剂和水合氯醛的色谱图(进样量0.1毫克,衰减×16)

表2 不同浓度水合氯醛标准水样用石油醚-乙醚(2:1)混合溶剂萃取的萃取率

| 水合氯醛<br>(毫克/升) | 分液漏斗法<br>(Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 处理) | 离 心 管 法                           |                                   |
|----------------|-----------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
|                |                                               | 未加Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 加 Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> |
| 10.0           |                                               | 98±1                              |                                   |
| 1.00           | 98±1%                                         | 100±3                             | 98±3                              |
| 0.50           |                                               | 99±1                              | 100±1                             |
| 0.10           | 102±2%                                        | 101±2                             | 103±2%                            |
| 0.05           | 97±0%                                         |                                   | 98±1%                             |

吸取有机相时不吸出水相则加与不加Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>对结果无大影响。由于离心管法操作简便,试验周期短,而且节省试剂,所以大部分条件试验及试样分析都采用此法进行。

(二) 杂质对于回收率的影响:

将农药废水中常见的杂质如三氯乙酸、四氯化碳、氯仿、甲醇、PP'-DDT、OP'-DDT和氯苯等,加入至水合氯醛标准水样中,测定

表3 杂质对于回收率的影响

| 标准水样<br>水合氯醛浓度<br>(毫克/升) | 添 加 杂 质            |              | 水合氯醛<br>测定值<br>(毫克/升) |
|--------------------------|--------------------|--------------|-----------------------|
|                          | 种 类                | 加量<br>(毫克/升) |                       |
| 0.050                    | 三氯乙酸               | 100          | 0.040                 |
|                          | CCl <sub>4</sub>   | 150          |                       |
|                          | CHCl <sub>3</sub>  | 1250         |                       |
|                          | CH <sub>3</sub> OH | 1600         |                       |
| 0.10                     | 三氯乙酸               | 100          | 0.09                  |
|                          | CCl <sub>4</sub>   | 150          |                       |
|                          | CHCl <sub>3</sub>  | 1250         |                       |
|                          | CH <sub>3</sub> OH | 1600         |                       |
| 0.10                     | 三氯乙酸               | 10           | 0.09                  |
|                          | CCl <sub>4</sub>   | 15           |                       |
|                          | CHCl <sub>3</sub>  | 125          |                       |
|                          | CH <sub>3</sub> OH | 160          |                       |
| 0.10                     | 三氯乙酸               | 1            | 0.11±0.01             |
|                          | CCl <sub>4</sub>   | 1.5          |                       |
|                          | CHCl <sub>3</sub>  | 13           |                       |
|                          | CH <sub>3</sub> OH | 16           |                       |
| 1.00                     | 三氯乙酸               | 100          | 0.93                  |
|                          | CCl <sub>4</sub>   | 150          |                       |
|                          | CHCl <sub>3</sub>  | 1250         |                       |
|                          | CH <sub>3</sub> OH | 1600         |                       |
| 0.50                     | PP'-DDT            | 0.8          | 0.49±0.01             |
|                          | OP'-DDT            | 1.0          |                       |
|                          | 氯苯                 | 5            |                       |

结果见表3。

(三) 色谱条件的选择

1. 峰高与极化电压及鉴定器温度关系:

经过初步摸索,采用相同水合氯醛进样量,观察了在不同鉴定器温度时,峰高随极化电压的变化,结果见图3所示。由于鉴定器温度130℃,极化电压为9伏时的峰高最大,所以大部分试验中采用上述条件。

2. 试用正交选优法选择较为合宜的色谱条件:

试探采用“多因素试验正交选优法”<sup>[4]</sup>安排了一组试验,[按正交表L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)]观察柱温、极化电压、载气与清洗气流量四种因素和三个位级(或水平)对响应值的影响。四种因素和三个位级的具体数值列于表4。然后测定

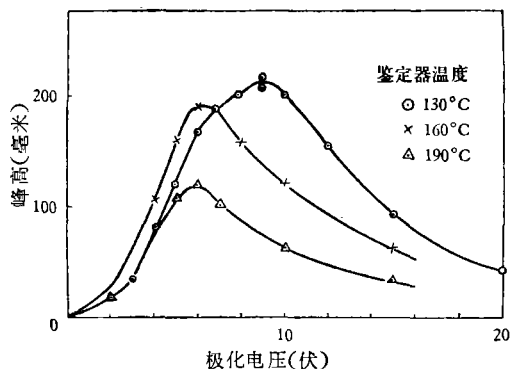


图 3 不同鉴定器温度时峰高随极化电压变化的情况  
(进样量 0.05 毫微克, 柱温 105°C, 载气流量 40 毫升/分, 清洗气流量 10 毫升/分, 衰减 × 8)

在表 4 中规定的各条件下, 同样进样量 (0.05 毫微克水合氯醛) 的峰高值。试验结果及综合评分见表 5。

表 4 试验方案

| 因 素  | 柱温<br>(T°C) | 极化电压<br>(伏) | N <sub>2</sub> (载气)<br>(毫升/分) | N <sub>2</sub><br>(清洗气)<br>(毫升/分) |
|------|-------------|-------------|-------------------------------|-----------------------------------|
| 位级 1 | 115         | 12          | 55                            | —                                 |
| 位级 2 | 105         | 9           | 40                            | 8                                 |
| 位级 3 | 95          | 6           | 25                            | ~10                               |

从表 5 可见, 极差以极化电压的为最大 (204), 其次为柱温, 再依次为载气及清洗气

表 5 L<sub>1</sub>(3') 表试验结果 (T<sub>D</sub> 鉴定器温度 130°C, 进样量 0.05 毫微克/升)

| 因素<br>列号<br>试验号          | 柱温(°C) | 极化电压(伏) | 气体流量(毫升/分) |       | 峰高(毫米)<br>(衰减 × 8)         |
|--------------------------|--------|---------|------------|-------|----------------------------|
|                          |        |         | 载 气        | 清洗气   |                            |
|                          | 1      | 2       | 3          | 4     |                            |
| 1                        | 115(1) | 12(1)   | 25(3)      | 8(2)  | 142                        |
| 2                        | 105(2) | 12(1)   | 55(1)      | —(1)  | 174                        |
| 3                        | 95(3)  | 12(1)   | 40(2)      | 10(3) | 165                        |
| 4                        | 115(1) | 9(2)    | 40(2)      | —(1)  | 146                        |
| 5                        | 105(2) | 9(2)    | 25(3)      | 10(3) | 166                        |
| 6                        | 95(3)  | 9(2)    | 55(1)      | 8(2)  | 189                        |
| 7                        | 115(1) | 6(3)    | 55(1)      | 10(3) | 88                         |
| 8                        | 105(2) | 6(3)    | 40(2)      | 8(2)  | 113                        |
| 9                        | 95(3)  | 6(3)    | 25(3)      | —(1)  | 96                         |
| I = 位级 1 三次峰高之和          | 376    | 481     | 451        | 416   | I + II + III = 1279<br>总 和 |
| II = 位级 2 三次峰高之和         | 453    | 501     | 424        | 444   |                            |
| III = 位级 3 三次峰高之和        | 450    | 297     | 404        | 419   |                            |
| 极差 = I、II、III 中最大数 - 最小数 | 77     | 204     | 47         | 28    |                            |

流量。这说明在所试验的范围内, 就峰高值来说极化电压是最重要的因素, 其次是柱温, 而气体流量则影响不太大。从极化电压来看, 以 9 伏较为合宜。柱温 95—105°C 均接近, 但柱温低的半峰宽有增大的趋向。清洗气 0—10 毫升/分以内影响不大, 考虑到 SP-2305E 色谱仪内备有双柱, 为保护另一备用柱的固定相起见似以通过一定流量 (1—10 毫升/分) 的清洗气为宜。此外, 峰高有随载气流量增加的趋势, 但载气流量较大 (55 毫升/

分) 时色谱峰分离得不太好, 所以大部分实验中选用载气流量 40 毫升/分。

### 3. 标准曲线的线性及脉冲电源:

用电子捕获鉴定器时, 水合氯醛标准曲线的线性范围较窄。图 4 表示了不同电源时的标准曲线。从图可见, 极化电压为 9 伏时, 线性范围只有二个数量级 (0.001—0.1 毫微克)。在用  $\frac{I_0 - I}{I} = KC$  (式中  $I_0$  为饱和基流,  $I$  为基流,  $C$  为浓度,  $K$  为常数) 处理

时,线性范围有所增加(见图 5),但亦仅延伸至 0.2 毫微克附近,而实际应用时却增加了繁冗的计算。

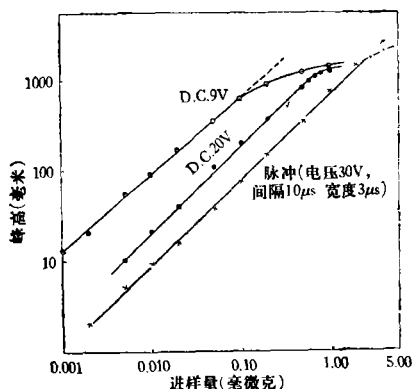


图 4 用不同电源时的标准曲线。(衰减×4)

采用自制脉冲电源,发现当极化电压为 30 伏,脉冲间隔为 10 微秒,脉冲宽度为 3 微秒时,线性区可延长至 2 毫微克处(线性范围三个数量级,见图 4)。

使用脉冲电源时的灵敏度,随脉冲宽度及脉冲间隔的变化,试验结果见图 6。

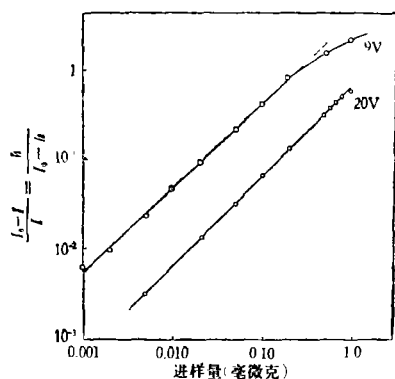


图 5 不同极化电压时进样量与  $\frac{I_0 - I}{I}$  的关系

#### 4. 色谱峰定性:

三氯乙醛极易与水作用生成水合氯醛,为了方便操作,一般采用水合氯醛作为标准样。在大部分的定量试验中,我们主要采用上试硅油 I 号——上试 101 酸洗白色担体的色谱柱,所得色谱图见图 2。也可采用 5%

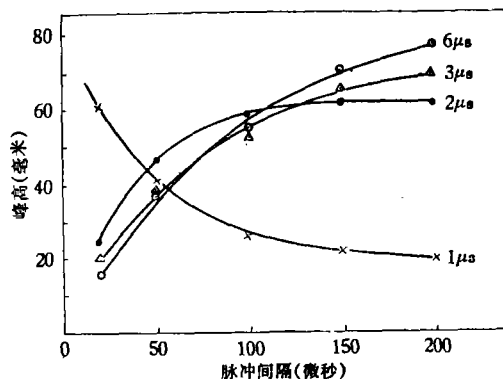


图 6 脉冲宽度及脉冲间隔对灵敏度的影响。  
(进样量 0.01 毫微克,衰减×4,电压 40V)

PEGA—硅烷化的 6201 担体柱作未知样的双柱定性用\*。

还曾用色谱—质谱联用仪对三氯乙醛的色谱峰作过进一步的探讨。色质试验\*\*采用水合氯醛—乙醚标准样进行,图 7 为总离子流色谱(TIC)和  $M/e = 17$  质量色谱图(单离子监测)。此外,还对总离子流色谱图上保留时间约 35 秒时色谱峰的质谱图与三氯乙醛及水合三氯乙醛标准谱图进行了比较,根据试验认为标准样经色谱柱后色谱峰中主要成分是脱水的三氯乙醛。

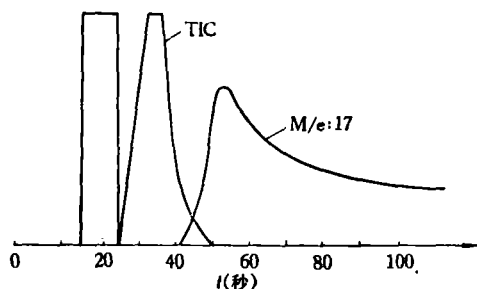


图 7 总离子流色谱图(TIC)和  $M/e = 17$  质量色谱图(单离子监测)

#### 5. 最低检测浓度,最小检知量。

所用电子捕获鉴定器的初始放射源强度

\* 5% PEGA——硅烷化 6201 担体色谱柱主要在另一实验室中采用(王菊思、赵丽辉),结果亦满意。

\*\* 色质联用实验系本室质谱组蒋可同志和中国科学院化学研究所二室质谱组同志进行。

为550 毫居里。当色谱条件为：柱温 105℃，汽化温度 120℃，鉴定器温度为 130℃，极化电压 9 伏，流量：载气 40 毫升/分，清洗气10 毫升/分，衰减×4。进样量为 0.001 毫微克时，一般峰高可大于 10 毫米，而噪音小于 3 毫米。在实际水样分析时，最后色谱进针样较原样稀释 5 倍，所以方法的最低检测浓度至少可定为 0.005 毫克/升。

又以一例进行响应值、敏感度等计算：  
 进样量 0.1 毫微克，衰减×16，峰高 160 毫米，半峰宽≈9 秒、载气 40 毫升/分，清洗气 10 毫升/分，计算得到：  
 响应值  $S = 500 \text{ 安} \cdot \text{毫升/克}$ 。  
 灵敏度  $M_i = 1.0 \times 10^{-13} \text{ 克/毫升} \Rightarrow 9 \times 10^{-14} \text{ 克/秒}$ 。  
 此条件下最小检知量  $m = 9 \times 10^{-13} \text{ 克}$ 。  
 (噪音  $N = 2.6 \times 10^{-11} \text{ 安}$ )

表 6 水样贮存后浓度变化

| 原样浓度<br>(毫克/升) | 贮存日期         | 贮存后浓度<br>(毫克/升) |
|----------------|--------------|-----------------|
| 0.05 (标样)      | 一百天(10—18℃)  | 0               |
| 0.10 (标样)      | 77天(10—18℃)  | 0               |
|                | 4 天(13—15℃)  | 0.1             |
| 1.0 (标样)       | 14天(13—18℃)  | 0.8±0.04        |
|                | 400          | 380             |
| 0.10 (14号水样)   | 4 个月(10—24℃) | 0.02            |
| 约10 (天化水样)     | — 年          | 0.18            |

6. 试样稳定性问题：  
 水合氯醛固体虽然稳定，但其水溶液并不稳定，尤其是稀溶液更易分解，若干水样贮存后浓度变化见表 6。  
 混合溶剂配制的水合氯醛标准样则较为稳定，有的试样在密闭的容器中冷冻贮存二周以上变化亦不大。不过，一般说来由于溶

表 7 水 样 分 析 实 例

| 样 品 号        | 加入水合氯醛量<br>(毫克/升) | 测得水合氯醛量<br>(毫克/升) | 水合氯醛浓度<br>(毫克/升) | 回收率(%) |
|--------------|-------------------|-------------------|------------------|--------|
| 7            | 0.020             | 0.009             | 0.90             | 95%    |
| 7            |                   | 0.028             |                  |        |
| 8            | 0.020             | <0.001            | <0.05            | 100%   |
| 8            |                   | 0.020             |                  |        |
| 9            | 0.020             | 0.002             | 0.2              | 100%   |
| 9            |                   | 0.022             |                  |        |
| 14           | 0.020             | 0.003             | 0.025            | 105%   |
| 14           |                   | 0.024             |                  |        |
| 沙农总排         |                   | 0.023             | 0.23             |        |
| 沙农总排         | 0.020             | 0.045             |                  | 110%   |
| 沙农总排(稀释 5 倍) | 0.040             | 0.046             |                  | 103%   |

表 8 重 现 性 试 验

| 实 验 序 号                                                         | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7       | 8    | 9    | 10   | 11   |
|-----------------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|---------|------|------|------|------|
| 水合氯醛浓度(毫克/升)                                                    | 0.51 | 0.51 | 0.51 | 0.51 | 0.51 | 0.51 | 0.52    | 0.53 | 0.52 | 0.52 | 0.52 |
| 平均浓度(毫克/升) $\bar{x}$                                            | 0.52 |      |      |      |      |      |         |      |      |      |      |
| 标准偏差(毫克/升) $S = \pm \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$ |      |      |      |      |      |      | ±0.0084 |      |      |      |      |
| 变更系数 $C \cdot V = \frac{S}{\bar{x}}$                            |      |      |      |      |      |      | ±1.6%   |      |      |      |      |

水样浓度为 0.05 毫克/升时，变更系数为 6%。

(下转第62页)

- Atomenergi, Stockholm, (1970).
- [7] Anders, O. U. & Kim, J. I., J. Radioanal. Chem., **39**, 435 (1977).
- [8] De Soete, D., et al., Neutron Activation Analysis, Wiley-Interscience. New York (1972).
- [9] Kruger, P., Principles of Activation Analysis, Wiley-Interscience, New York (1971).
- [10] Lyon, W. S., Guide to Activation Analysis, D. Van Nostrand Co. Inc. (1964).
- [11] Lenihan, J. M. A., et al., Advances in Activation Analysis, Vol. 1 and 2, Academic Press, (1969). (1972).
- [12] Bowen, H. J. M. & Gibbons, D., Radioactivation Analysis, Oxford at the Clarendon Press. (1963).
- [13] Taylor, D., Neutron Irradiation and Activation Analysis, George Newnes Ltd., London (1964).
- [14] Albert, P., L'Analyse par Radioactivation (1963).
- [15] Tölgyessy, J., et al., Nuclear Analytical Chemistry, Vol. 3 (1974).
- [16] Кузнецов, Р. А., Активационный Анализ, Атомиздат, Москва (1974).
- [17] Coomber, D. I., et al., Radiochemical Methods in Analysis, Plenum Press, (1975).
- [18—46] J. Radioanal. Chem., **37**, 529, 539, 549, 581, 611, 637, 661, 671, 679, 693, 705, 717, 741, 751, 761, 775, 785, 823, 839, 849, 857, 867, 881, 889, 897, 905, 917 (1977), **38**, 267, 405 (1977).

### 《环境科学》征稿简则

一、本刊以马列主义、毛泽东思想为指导,宣传党的环境保护工作方针,刊载有关环境科学基础理论、环境工程、分析监测和环境医学等方面的研究报告、专论综述、动态、简讯等文章。本刊为中级性科学技术刊物,读者对象主要是有关科研、教学人员和科技组织管理工作。

二、来稿力求论点明确,数据可靠,文笔简练,深入浅出。综述性文章约在一万字以内,研究报告宜在六千字以内,并可附一简短摘要(约一二百字)。来稿请附英译题目。

三、来稿请用稿纸誊清,务必定稿。文中插图在

稿内标明图位和图题。插图用描图纸黑墨描绘,务求线条光洁,图内文字用铅笔标写清楚。照片务必黑白清晰。来稿如不合出版要求,抄写、描图费用将从稿费中扣除。参考文献请详细注明作者姓名、出处、卷、期、页、年份。非公开发表的资料请勿列入。

四、科技术语和名词的译名用国内通用译名(参阅科学出版社等出版的名词汇编)。如系作者自译的新名词,第一次使用时请注出原文。外国人名和地名,除已常用者外请随注原文。

五、来稿请附单位业务部门介绍信。本刊编辑部对来稿可作文字上删简和修改。

六、本刊一般不登译稿。请勿一稿两投。来稿除声明外一律不退。

七、来稿请寄:北京市934信箱本刊编辑部。

(上接第28页)

液容易挥发,溶剂挥发后,有一溶剂的杂质峰会变大,所以标样仍需经常更新。

#### 7. 水样分析实例和重现性试验

几种水样分析测定结果见表 7。取样 2 毫升,7—9 号水样分析前已稀释 10 倍。由以上结果可见回收率一般在  $100 \pm 5\%$  之内。

对同一污水样品进行 11 次分析的结果见表 8。

### 参 考 资 料

- [1] Luknitskii, F. I., Chem. Rev. **75** (3), 259 (1975).
- [2] Garrett, E. R. et al., J. Pharm. Sci., **55** (8), 812 (1966).
- [3] Anderson, R. J., et al., J. Agri. Food Chem., **14** (5), 508 (1966).
- [4] 俭济斌编,多因素试验正交优选法,科学出版社,1976 年。