

# 沱江水中有机污染物的定性分析

计定安 张德书 庄跃平  
(内江市自来水公司 内江 641000)

## 1 前言

沱江是内江人民饮用、灌溉、水产、酿酒、制糖、造纸、印染、制药和其它工业用水的重要来源。内江市自来水总公司下属三个水厂源水均来自沱江。80 年代中期, 中国环境科学研究院及四川省环境保护科学研究院对沱江水质的调查工作表明, 沱江的污染主要是有机污染。近年来, 由于工农业的发展而随之产生的工业废水和农药、化肥用量的不断增加, 使沱江水的有机污染日益加剧。内江市环境监测站几年来对沱江河水的监测表明: 沱江内江段的水质仍然达不到国家生活饮用水对水源水所需求的地面水 II 类水质标准, 枯水期甚至达不到 III 类标准。因此, 鉴别沱江内江段水域的有机污染物, 作为提供水域的治理及资源利用的科学依据实属必要。

## 2 主要仪器及试剂

### 2.1 仪器

日本岛津公司产 GC17A/QP5050A MS/COMPAQ 7240PC 色质联机仪器系统。HP6L 型打印机。30mx0.25mmDB-1 弹性石英毛细管色谱柱 (J&W Scientific)。NTST 质谱谱库、PESTECED 毒物谱库、PMW-TOX2 农药谱库、snyder 浓缩器、1ul 进样器、马沸炉、索氏提取器。

2.2 试剂: XAD-2 树脂 (经精制)。二氯甲烷 (A.R.)、甲醇 (A.R.)、乙腈 (A.R.)、乙醚 (A.R.)。无水硫酸钠 (A.R. 于 500℃ 马沸炉内烘烤 8 小时)。载气: 氮气 (纯度: 99.999%) 氦气 (纯度: 99.99%)

## 3 仪器条件

### 3.1 GC:

进样品温度: 290℃。进样方式: 手动进样; 分流比: 1:15; 柱箱温度程序: 初温 50℃, 保持 2 分钟, 以每分钟 5℃ 升至 280℃, 保持 50 分钟, 载气流速: 1ml/min

### 3.2 MS:

离子源类型: 电子轰击离子源 (EI)。接口温度: 230℃。扫描质量范围 45m/z-600m/z。检测器电压: 1.58KV。

## 4 样品的前处理

### 4.1 XAD-2 型树脂的精制

将树脂制成甲醇悬液, 然后慢慢倒掉液体, 以除去树脂中的细粉末, 余下的树脂直径主要为 20-60 目。依次用甲醇、乙腈和乙醚在索氏提取器内提取。每种溶液提取 8 小时。精制后的树脂置于具塞瓶内并浸泡于重蒸的甲醇中保存备用。

### 4.2 富集过程 (过柱)

XAD-2 树脂柱 (直径 10mm, 装 XAD-2 高约 40cm) 先经纯水淋洗, 然后将水样

引入过滤吸附柱内，控制过水速度 60-100ml/min，富集水样 200L。

#### 4.3 洗脱

取下已过滤水样的柱子，先用洗耳球吹压出柱内水份，然后再和二氯甲烷 30ml，分 5 次过柱洗脱。每次加入二氯甲烷时，先关闭滤注下端活塞，让其浸泡树脂，平均约 12min，然后收集洗脱液在分液漏斗中（速度为 1-2ml/min），收集的二氯甲烷在分液漏斗中平衡分层，并弃去水份备用。

#### 4.4 挥干洗脱液

将收集到的二氯甲烷洗脱液通过盛有无水硫酸钠的玻璃柱脱水，然后将洗脱液置于 Snyder 浓缩器内，在 40℃-50℃ 水浴上缓慢蒸馏浓缩于 2ml（氮气环境），然后直接放置于干燥箱内（50℃）制得干品。

#### 4.5 样品的制备

将已挥干的浓缩萃取物定溶于二氯甲烷溶液内，定溶的二氯甲烷为 2ml。因为富集水样 200 升，所以二氯甲烷溶液 0.1ml 相当于水样 10L。

#### 4.6 溶剂对照制备

溶剂对照的制备与水样有机物富集萃取步骤相同，但以 100ml 纯水代替过滤水样，最后亦得挥干后的萃取物溶于二氯甲烷（其量相当于水样定容量）内备用。

### 5 色质联机分析

5.1 质谱校准 质谱通过操作软件，采用机内标准物质进行自动校准。

5.2 进样分析 按照 3 所述仪器条件，分别取 1ul 试剂空白及样品浓缩液进样分析，分别得到试剂空白及样品的总离子色谱图（图略）。

### 6 质谱检索

6.1 试剂空白浓缩的总离子色谱图无杂质峰出现，无干扰样品的质谱出现。

6.2 通过分析样品组份，一共分离出近 80 种有机组份。通过与国际通用的标准质谱图人工检索与计算机检索，确认了 56 种有机化合物（表 1 略）。其中直链及支链烷烃 33 种，酯类 4 种，烯炔 5 种，醇类 2 种，苯类 2 种，酚类 2 种，杂环化合物 4 种，萘类 2 种，还有烯醛 1 种及环辛硫 1 种。

### 7 结果与讨论

由于采用 XAD-2 树脂富集有机物，所以非极性和稍有极性的亲脂性化合物较多，检出的有机物中直链烷烃类占多数证明这一点。检出物中，有市售农药稻瘟灵（富士一号），药物新抗霉素甲基酯，还有邻苯二甲酸二丁酯，该有机物被美国国家环境保护局（EPA）列为 129 种优先控制的有机污染之一。

从分析结果来看，烃类污染可能源自沱江机动船燃油污染，从其它检出物看，农药施用，药厂排废以及生活污水是沱江有机污染的主要原因。由此可见，治理沱江必须加大力度。

## Qualitative Analysis of Organic Polluter in Tuo River

Ji Ding'an, Zhang Deshu, Zhuang Yueping