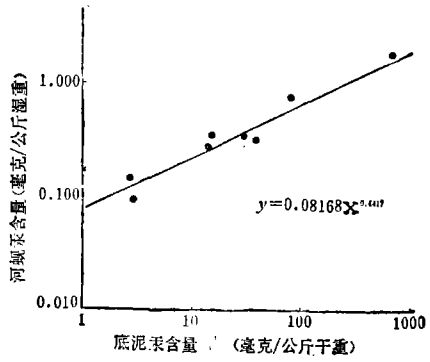

图3 J河各断面河蚬汞含量与底泥汞含量的关系曲线

应性比较广，是河口污染很有用的一种指示生物．有必要进一步深入研究河蚬体内重金属含量与环境污染程度之间的定量关系，以及指示有机氯化合物和其他污染物的可能性．

三、结　论

（一）J河河蚬数量丰富，分布广泛，个体数量分布可以大体反映J河污染的变化趋势，是J河河口污染有用的指示生物之一．

（二）J河河蚬体内汞含量与污染源距离有明显关系，其含量与底泥汞含量之间存在一定的回归关系．根据河蚬体内汞含量，可进一步反映出J河汞污染的程度及其变化情况．

主要参考文献

[1] Phillips, D. J. H., Environ. Pollut., 13(4), 281—317 (1977).
[2] Phillips, D. J. H., Marine biology, 38, 59—69 (1976a).
[3] Phillips, D. J. H., Marine biology, 38, 71—80 (1976b).
[4] Phillips, D. J. H., Marine biology, 46, 147—156 (1978).
[5] Schulz-Baldes, M., Marine biology, 2, 98—102 (1973).
[6] Wolf, De. P., Mar. Pollut. Bull., 6(4), 61—3 (1975).
[7] Navrot, J., et al., Environ. Pollut., 7, 303 (1974).
[8] Joan, D., et al., Mar. Pollut. Bull., 4(1), 7—9 (1973).
[9] Manly, R., et al., Environ. Pollut., 14, 139—154 (1977).
[10] Fowler, S. W., et al., Marine biology, 46, 267—276 (1978).

有机氯农药废水中氯苯类化合物的气相色谱分析

包志成　赵倩雪
（中国科学院环境化学研究所有机分析室）

氯苯类化合物由于卤素在苯环上的取代位置不同，所以会产生性质相似的多种异构体．关于氯苯异构体的分离，国外有过不少的报导，但很少具有实用价值．

我们在恒温条件下，采用甲基苯基硅橡胶（约含苯基24%）改性的Bentone—34，分离沸点132—309℃的12个取代氯苯，效果比较理想．除去1，2，3，5—和1，2，4，5—四氯苯不能分离外，所有其他取代氯苯都得到了完全的分离．由于保留时间短（六氯苯除外），加之采用高灵敏度的ECD检测器，方法可用于一至五氯苯的环境污染分析．

一、仪器和试剂

2305—F型色谱仪，配本所自制氚钪源电子捕获鉴定器和脉冲电源．

氯苯：为市售产品，部分由自己合成．

Bentone—34：上海试剂二厂．

甲基苯基硅橡胶：中国科学院化学研究

所合成.

二、色谱条件

色谱柱：长 2.06 米、内径 3 毫米的玻璃柱，填充甲基苯基硅橡胶(11%)和 Bentone—34(6%) 作固定液的 80—100 目上试 101 担体. Bentone—34 预先与无水乙醇迴流 4—8 小时，弃去乙醇溶液. 柱子在 176℃ 用高纯氮老化 24 小时.

柱温 155℃，气化 190℃，检测 200℃，柱前压 2.1 公斤/厘米^2，N_2 流速 40 毫升/分钟，纸速 300 毫米/时，衰减 4—16，进样 4 微升.

三、保留时间

不同温度下各种氯苯化合物的保留时间见表 1. 在 160℃ 纯化合物的分离情况见图 1. 由表 1、图 1 可知，氯苯类化合物在本色谱柱上保留时间较短. 160℃ 时一至三氯苯的分离可在 10 分钟内完成. 一至五氯苯的分离可在 20 分钟内完成.因此本色谱柱可同时进行多种氯苯化合物的测定.

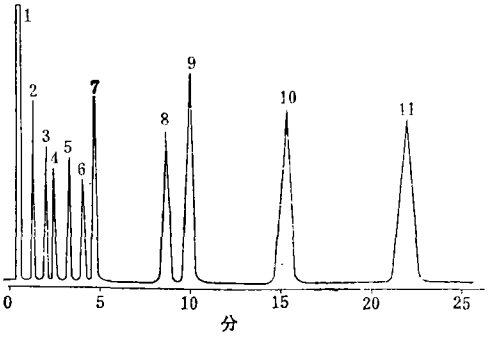

图 1 标准样品色谱图

1.石油醚 2.一氯苯 3.对二氯苯 4.间二氯苯 5.1,3,5-三氯苯 6.邻二氯苯 7.1,2,4-三氯苯 8.1,2,3,5-四氯苯 9.1,2,3-三氯苯 10.1,2,3,4-四氯苯 11.五氯苯

四、标准曲线

根据各种氯苯灵敏度的不同，取不同量的各种氯苯分别溶于石油醚中，作为标准储备液. 将储备液稀释至不同浓度，进行色谱分析，绘制峰高和浓度关系曲线，示于图 2.

五、样品测定

取水样 200 毫升，调 pH 至中性，用 20 毫

表 1 不同温度下各种氯苯的保留时间

标准化合物	沸点 (℃)	145℃		150℃		155℃		160℃	
		t_R	α	t_R	α	t_R	α	t_R	α
石油醚	60—80	38″	0.084	36″	0.094	33″	0.098	31″	0.107
一氯苯	132	1′51″	0.236	1′40″	0.262	1′32″	0.273	1′23″	0.285
p-二氯苯	173.9	2′58″	0.396	2′38″	0.414	2′23″	0.424	2′7″	0.436
m-二氯苯	172.5	3′41″	0.491	3′13″	0.505	2′53″	0.513	2′33″	0.526
1.3.5-三氯苯	208.5	5′6″	0.680	4′23″	0.689	3′54″	0.694	3′24″	0.701
邻-二氯苯	178.5	6′28″	0.729	5′28″	0.859	4′51″	0.864	4′11″	0.863
1.2.4-三氯苯	213.5	7′30″	1.00	6′22″	1.00	5′27″	1.00	4′51″	1.00
1.2.3.5—	246	14′31″	1.94	12′4″	1.90	10′27″	1.86	8′51″	1.82
1.2.4.5—	240	15′7″	2.02	12′29″	1.96	10′53″	1.94	9′5″	1.87
1.2.3-三氯苯	220.9	16′48″	2.24	13′55″	2.19	12′2″	2.14	10′10″	2.10
1.2.3.4—	254	26′45″	3.57	22′4″	3.46	18′50″	3.35	15′40″	3.27
五氯苯	276	40′10″	5.36	32′35″	5.12	27′	4.81	22′18″	4.60
六氯苯	309.4					57′20″	10.21	46′30″	9.59

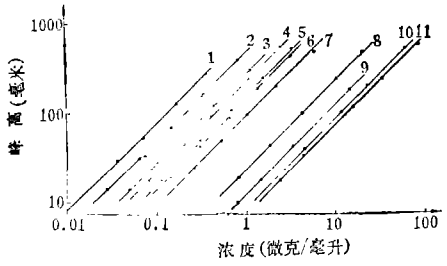

图 2　标准曲线

1.五氯苯　2.1, 2, 3, 5-四氯苯　3.1, 2, 3, 4-四氯苯　4.1, 2, 4, 5-四氯苯　5.1, 2, 4, -三氯苯　6.1, 3, 5-三氯苯　7.1, 2, 3-三氯苯　8.间二氯苯　9.*一氯苯　10.对二氯苯　11.邻二氯苯　*浓度×100

升苯或石油醚分两次萃取，合并萃取液，用无水硫酸钠干燥，浓缩至 1 毫升，进行色谱分析，比较未知样品和标准样品的峰高进行定量.

在我们实验中，对不同氯苯用石油醚萃取时，萃取率为 91—96%，用苯萃取时，萃取率为 95—99%. 对于氯苯含量较高的废水，可取少量废水在磨口离心管中萃取. 几个样品中的氯苯类化合物的测定结果见表 2. 此条件下六六六不干扰测定.

六、结果讨论

1. 柱效率及使用寿命问题

本色谱柱效率很高（以 1, 2, 3—三氯苯做实验测得理论塔板数为 3140，有效理论塔板数为 2985），分离效果好. 而且氯苯类化合物的保留时间较短，用于氯苯分析较为理想.

上海产的 Bentone—34 在 200℃ 下不能连续使用. 中田等 [《工業化学雜誌》（日），73, 929(1970)]报导 Bentone—34 在160℃ 以上剧烈分解. 因此，我们使用温度一直不超过160℃，老化温度也比文献所述低得多. 柱子连续使用七、八个月后分离效果一直很好（使用温度为 146—160℃），但曾发现 1, 2, 3, 5—四氯苯的保留时间稍有增加，但这并不妨碍它与 1, 2, 3, —三氯苯的分离.

2. 最低检出量

以峰高 4 毫米计（本色谱条件下，噪声为 2 毫米），下列各氯苯的最小注入量（毫微克）和灵敏度（ppb，以 200 毫升水计）分别为:

一氯苯: 120; 150

邻、对二氯苯: 2; 2.5

间二氯苯: 0.6; 0.75,

1, 2, 3-三氯苯: 0.16; 0.2

表 2　样品测定结果

样品 / 氯苯含量（毫克/升）	天化六六六碱解废水	天化沉降池废水	天化二氯苯分离废水	染料厂废水
一氯苯		36.6		
对二氯苯		0.22	3.12	
间二氯苯	0.14		0.25	
邻二氯苯		0.47	9.95	0.065
1.2.3-三氯苯	0.46			0.005
1.2.4-三氯苯	1.6	0.0061		0.018
1.3.5-三氯苯	0.034			
1.2.3.4-四氯苯	0.45			
1.2.3.5-四氯苯	0.13			0.00021
五氯苯	0.007			

78 年 9 月取样

表3 回收率实验

化合物	p-二氯苯	m-二氯苯	1.2.4-三氯苯	1.2.3.5-四氯苯	1.2.3-三氯苯	五氯苯
含量(毫克/升)	20.0	10.0	1.0	0.50	2.06	0.193
加入(毫克升/)	12.46	8.23	0.230	0.35	1.00	0.179
测得	12.32	7.85	0.237	0.32	0.94	0.171
回收率%	98.9	95.3	103.0	91.4	94.0	95.5

1，2，4—三氯苯，1，3，5—三氯苯：0.07；0.09

1，2，3，4—四氯苯：0.06；0.075

1，2，4，5—四氯苯：0.08；0.1

1，2，3，5—四氯苯：0.03；0.04

五氯苯：0.015；0.02

因此在不同浓度的情况下，三、四、五氯苯可以测到卫生限量标准以下．在萃取浓缩的情况下，一至五氯苯全部可测到卫生限量标准以下．

3. 方法的精密度及准确度

根据加入一定量的二、三、四、五氯苯到合成样品中，测定氯苯回收率的方法，测定了方法的准确度，结果见表3．不同氯苯的回收率为91—103%．

七、结论

1. 采用气相色谱方法，在恒温条件下，用甲基苯基硅橡胶改性的 Bentone—34 色谱柱，对几个取代氯苯进行了分离实验，除1，2，3，5—和1，2，4，5—四氯苯不能分离以外，所有其他取代氯苯都得到了完全的分离．在155℃时，一至三氯苯的分离可在12分钟内完成，一至五氯苯的分离可在27分钟完成．

2. 初步建立了农药废水中，一至五氯苯的气相色谱分析方法．该法灵敏度高，各种氯苯都可测到卫生限量标准以下．

沉淀和吸附载带法测定食品中总 α 核素

赵 万 成

（辽宁省劳动卫生研究所放射防护研究室）

天然放射性核素，绝大多数为 α 放射性，特点是半衰期长，毒性大．因此，对环境样品中总 α 核素的监测是重要的．

环境和生物样品中总 α 核素的放射性测定，过去各国多采用厚层法．但食品及生物样品中的 α 放射性核素含量低，用厚层法测量需要数十小时．近二十年来，国外采用了质谱、带有锗锂探测器的多道分析器、方波极谱和原子吸收光谱法等测定技术．同时对快速、简单、有效地分离和浓集方法也做了不少工作．我们参考国外资料，结合我国实际情况，着重研究了 $BaSO_4$ 共沉淀、偶氮砷 III 络合，活性炭吸附载带共同浓集，再用无自吸收的薄层 α 测定方法．实验结果表明，该方法简便、快速，结果可靠．

一、实验部分

（一）试剂与仪器

放射性核素、氯化钡（0.1 *N* 水溶液）、活性炭（盐酸处理后使用）、铀试剂 III（0.05% 酸性水溶液）、柠檬酸三钠（0.05% 水溶液）、硫酸（1:1 体积比）．试剂皆为二级纯．样品均以干法灰化．

FH-408 自动定标器（北京综合仪器厂）、