

# 气相色谱法——分光光度法鉴定污染百合干的有机毒物

沈珑珑 陈小丽  
余雨芬 吴金宏

广州铁路中心卫生防疫站 (510010)

1994年10月广州南站发生一起百合干被污染的货运事故。据车站报告,事主自报污染物为甘油,查甘油为一种无色无臭而有甜味的粘稠液体,沸点 $290^{\circ}\text{C}$ ,可与水以任何比例混溶,<sup>[1]</sup>与 $\text{KHSO}_4$ 共热脱水可生成丙烯醛。<sup>[2]</sup>据此性质,我们利用气相色谱法的检测是结果,否定了污染物为甘油的报告,在物理性状测定及色谱分析之基础上,结合紫外扫描,推断污染物为硝基苯类化合物,为事故的分析处理,及时提供了判断依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 主要仪器与试剂

GC-9AM 气相色谱(日本岛津),FID 检测器,C-R3A 数据处理机。

色谱条件<sup>[3]</sup> 色谱柱  $3\text{m} \times \varnothing 2\text{mm}$  不锈钢柱,内填 5% SE-30(60~80 目),柱温  $90^{\circ}\text{C}$ ,汽化室,检测器温度  $150^{\circ}\text{C}$ ,气体流量 载气( $\text{N}_2$ )  $50\text{mL}/\text{min}$ ,  $\text{H}_2$   $0.5\text{kg}/\text{cm}^2$ , Air  $0.7\text{kg}/\text{cm}^2$ 。

Cary IE 紫外—可见分光光度计(美国瓦里安公司产品)  $1\text{cm}$  石英比色皿。紫外条件 波长扫描范围  $240\sim 270\text{nm}$ ;光径  $1\text{cm}$ ;狭缝  $2\text{nm}$ 。

硫酸氢钾(AR),甘油(AR),乙醇(GR),苯(AR),硝基苯(AR),二甲苯(AR)。

### 1.2 方 法

1.2.1 污染物的感官性状 液态,呈黄棕色,具辛辣刺激气味,不溶于水和碱性水溶液,但可溶于乙醇及硫酸,(污染的百合干与污染物有相似气味)。

1.2.2 甘油的转化及测定 取  $175 \times 15\text{mm}$  硬质玻璃试管一支,加入  $0.5\text{g}$  研细的  $\text{KHSO}_4$  及一滴甘油,混匀,于酒精灯上加热,至刺激性气味逸出。迅速塞上橡皮塞,将试管置  $60^{\circ}\text{C}$  恒温水浴中,抽取  $1\text{mL}$  反应气体于色谱进样,丙烯醛于  $1.32\text{min}$  出峰,证实甘油可转化为丙烯醛。

用化学转化——色谱分析甘油,具有分析速度快,选择性强及灵敏度高的特点。

甘油转化成丙烯醛后,将试管置于  $60^{\circ}\text{C}$  恒温水浴中平衡,可获得好的重现性。

1.2.3 污染物的鉴定 取一滴样品液代替甘油,操作同上,于  $1.32\text{min}$  未出峰。称取百合干  $30\text{g}$  置于  $250\text{mL}$  三角瓶内,加  $100\text{mL}$  纯水,浸泡  $2\text{h}$ (不时振荡),滤纸过滤至  $100\text{mL}$  蒸发皿中,于沸水浴上蒸发至少许。取一滴溶液,按 1.2.2 操作,于  $1.32\text{min}$  未出峰,证明污染物不含甘油。

1.2.4 样品的液上气体分析 直接取  $1\text{mL}$  甘油试剂瓶内液上气体进样。未出峰。抽取  $1\text{mL}$  污染物瓶内液上气体进样,于  $1.32\text{min}$  未出峰,但在  $1.96\text{min}$  出现一峰,用乙增量法推测为苯系物。

1.2.5 检品紫外扫描分析 根据污染物的物理性状,气相色谱的检测结果,怀疑污染物为苯系物,据此取  $10\text{mL}$  比色管 4 只,分别加入无水乙醇  $10\text{mL}$  及苯、二甲苯、硝基苯样品各一滴,混匀,用 Cary IE 紫外—可见分光光度计  $\lambda = 240\sim 270\text{nm}$  范围内进行扫描,其结果见图 1~4。

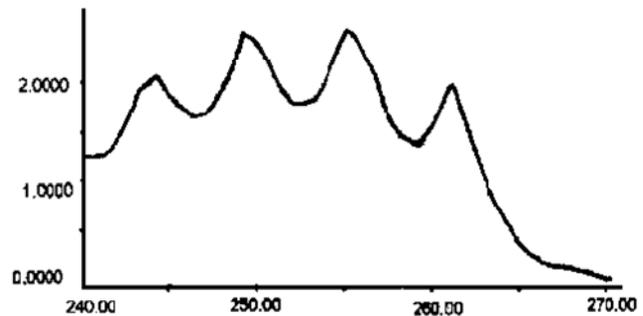


图 1 苯

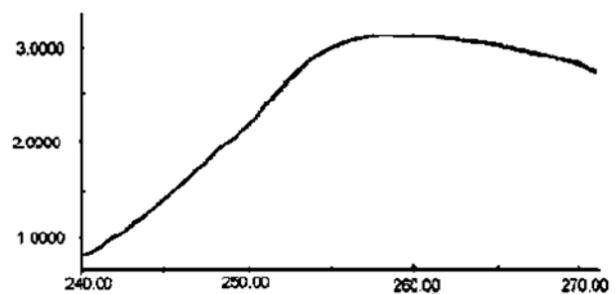


图 2 二甲苯

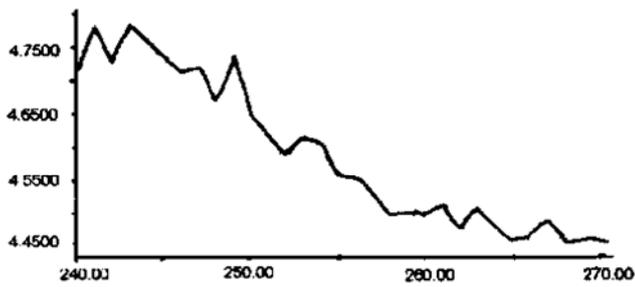


图3 硝基苯

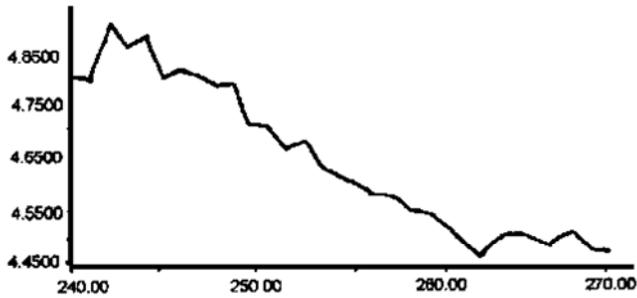


图4 样品

据图中所见,苯、硝基苯、样品在 243(244)、249、261nm 处有相同的吸收,在 253nm 处,样品和硝基苯有相同吸收,从谱图形状看,样品与硝基苯较接近。样品测得的物理性状与文献查得的硝基苯基本一致。<sup>[4]</sup>

## 2 检测结果

污染物为硝基苯类化合物,未检出甘油。事故处理约 20d 后,卫生科追踪调查,确证污染物为邻硝基乙苯。

## 3 参考文献

- 1 化工辞典. 北京: 燃料化学工业出版社, 1973, 97
- 2 上海市化工轻工供应公司技术室编. 化工商品检验方法. 化学工业出版社, 1987, 732
- 3 王仕杰, 沈珑珑. 气相色谱法测定空气中甲醛初探. 广东卫生检验. 1994, (5): 17
- 4 段长强, 等. 现代化学试剂手册(第一分册). 北京: 化学工业出版社, 1986, 296

[上接第 9 页]

- 生研究, 1987, 16(4): 16~ 18
- 3 辛文芬, 等. 洋葱油主要化学成分的分析. 卫生研究, 1990, 19(3): 37~ 39
- 4 Water, et al. Antiasthmatic effects of onions, inhibition of platelet - activating factor induced bronchial obstruction by onion oils. Int Arch Allergy Appl Immunol, 1987, 82(4): 535~ 536
- 5 Bordia A, et al. Atherosclerosis 1975, 21(1): 15
- 6 Bordia A, et al. Atherosclerosis 1977, 26(3): 379
- 7 湖南医学院第一附属医院. 大蒜注射液对小鼠腹腔巨噬细胞吞噬机能影响的初步实验. 中草药通讯, 12: 29~ 30
- 8 第四军医大学编. 免疫学实验技术讲义 1985
- 9 L Hudson. Practical immunology. Blackwell Scientific Publication 1976