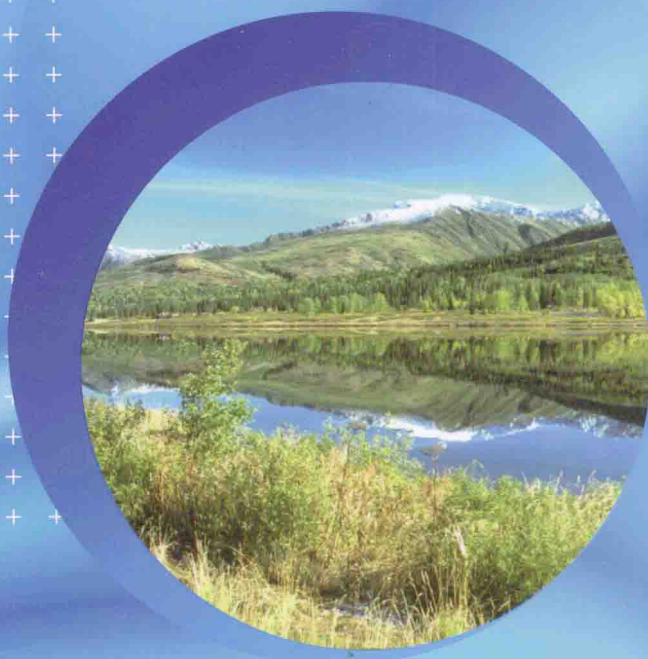
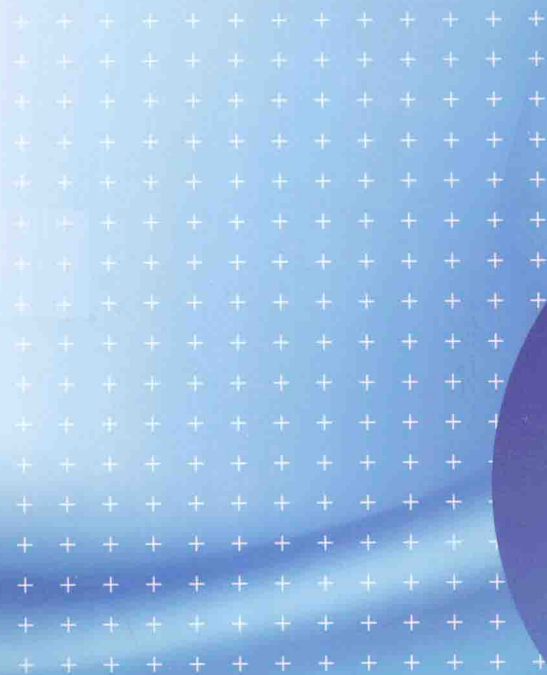




水质 环境热点污染物 分析方法



黄业茹 张 烜 翁燕波 等编著



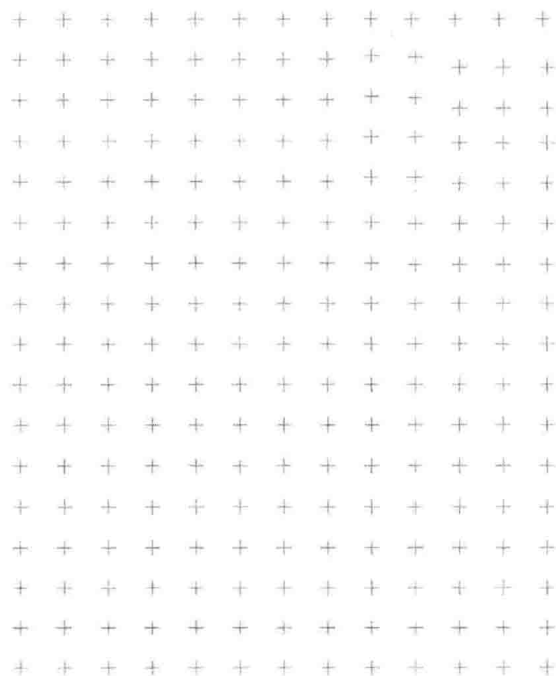
化学工业出版社



流域水环境
监测技术方法丛书

水质 环境热点污染物 分析方法

黄业茹 张 烜 翁燕波 等编著



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书介绍各类水体中三类热点污染物的监测分析方法,包括内分泌干扰物烷基酚类和双酚A,消毒副产物三卤甲烷、卤乙酸、亚氯酸盐和氯酸盐,抗生素类喹啉酮类、大环内酯类、四环素类和磺胺类,涉及样品采样、样品前处理技术、仪器分析方法、分析质量保证与质量控制及流域调查示范应用等。

本书可供环境科学与工程、市政工程等领域的工程技术人员、科研人员和管理人员参考,也可供高等学校环境相关专业的师生参阅。



图书在版编目(CIP)数据

水质 环境热点污染物分析方法/黄业茹,张炆,翁燕波等编著.
北京:化学工业出版社,2014.9
(流域水环境监测技术方法丛书)
ISBN 978-7-122-21350-1

I. ①水… II. ①黄…②张…③翁… III. ①水污染-污染物分析-
分析方法 IV. ①X520.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 165019 号

责任编辑:刘兴春
责任校对:吴 静

装帧设计:刘丽华

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京云浩印刷有限责任公司

710mm×1000mm 1/16 印张15½ 字数304千字 2014年11月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:80.00 元

版权所有 违者必究

《流域水环境监测技术方法》丛书 编著委员会

主 任：付 强

委 员：吕怡兵 郑明辉 翁燕波 黄业茹 楚宝临 滕 曼

《水质 环境热点污染物分析方法》 编著人员

黄业茹 张 烜 翁燕波 史双昕
张秀蓝 杨文龙 任立军 郭 婧
朱丽波 董 亮

前言

近年来我国经济快速发展，用水需求增加与水资源短缺的矛盾越来越突出，水环境污染问题得到社会的广泛关注。目前我国水环境污染物呈现多元化、复杂化趋势，新型和热点污染物层出不穷。虽然我国已经建立了较为完善的水环境监测网络，开展监测的常规项目已有上百种，并基本配套了标准分析方法和质控方法，但是针对不断涌现的新型和热点污染物，分析方法储备明显不足，制约了对新型污染物的监测和环境污染水平的调查工作。由于污染源和环境现状基础数据缺乏，也无法为管理部门制订污染控制措施提供有效技术支持。在这一背景下，“水体污染控制与治理科技重大专项”的“水环境热点污染物的监测方法研究”课题设立了“水环境热点污染物分析方法研究”的研究内容，选取社会关注度较高、监测需求迫切的几类水环境热点污染物开展分析方法和示范应用研究，本书的主要内容即是上述研究成果的汇总和提炼。

本书选取了内分泌干扰物（壬基酚和双酚 A）、消毒副产物（卤代乙酸、三卤甲烷和亚氯酸盐）和抗生素三类热点污染物，采用了固相萃取、衍生化、组合柱净化、吹扫捕集-气相色谱质谱法、液相色谱串联质谱和离子色谱等多种分析技术，对采样方法、样品前处理方法和仪器分析方法等开展了系统研究，并开展了实验室间方法验证，研究的方法和经验可以在其他环境热点污染物分析方法研究中推广。本书也开展了特定污染源监测和典型流域调查示范，取得了我国水环境三类污染物的部分监测数据，对初步了解我国目前三类热点污染物的污染水平提供了基础数据。

本书的主要编著人员及分工如下：黄业茹（国家环境分析测试中心）子课题负责人、张炅（国家环境分析测试中心）负责第 1 章；翁燕波（宁波市环境监测中心）子课题协作单位负责人、史双昕（国家环境分析测试中心）负责第 2 章；张秀蓝（国家环境分析测试中心）负责第 3 章；杨文龙（国家环境分析测试中心）负责 4.1；任立军（国家环境分析测试中心）负责 4.2；郭婧（国家

环境分析测试中心)负责4.3;张炅(国家环境分析测试中心)负责第5章;
朱丽波(宁波市环境监测中心)负责第6章。

本书在编著过程中得到国家环境分析测试中心和宁波市环境监测中心的大力支持,出版过程中得到中科院大连化学物理研究所和中国环境监测总站的协助,在此表示感谢。

限于编著者编著时间和水平,书中不足和疏漏之处在所难免,敬请读者提出修改建议。

编著者
2014年6月

目录

1 水环境热点污染物及污染现状	1
1.1 水环境热点污染物	1
1.2 三类水环境热点污染物来源、危害及研究概述	3
1.2.1 壬基酚类和双酚 A	3
1.2.2 消毒副产物	4
1.2.3 抗生素类	5
1.3 三类水环境热点污染物监测技术基础及存在问题	6
1.3.1 壬基酚类和双酚 A	6
1.3.2 消毒副产物-三卤甲烷	7
1.3.3 消毒副产物-卤乙酸	8
1.3.4 消毒副产物-亚氯酸盐、氯酸盐和溴酸盐	9
1.3.5 抗生素类	9
1.4 三类水环境热点污染物分析方法研究	10
1.4.1 方法研究的基本原则和步骤	10
1.4.2 三类水环境热点污染物监测方法原理概述	11
参考文献	14
2 水质-烷基酚和双酚 A 的测定监测技术研究	16
2.1 引言	16
2.1.1 环境激素	16
2.1.2 烷基酚和双酚 A 的性质及用途	17
2.1.3 烷基酚和双酚 A 的毒性	20
2.1.4 烷基酚和双酚 A 的环境行为	21
2.1.5 壬基酚和双酚 A 生产及使用情况	23
2.1.6 各国烷基酚和双酚 A 限制法规	24
2.2 烷基酚和双酚 A 分析技术	24

2.2.1 萃取技术·····	25
2.2.2 仪器分析方法·····	28
2.3 烷基酚和双酚 A 分析方法研究 ·····	31
2.3.1 试剂材料与仪器·····	31
2.3.2 标准溶液配制·····	32
2.3.3 仪器分析技术研究·····	33
2.4 质量管理技术体系研究 ·····	48
2.4.1 样品采集·····	48
2.4.2 样品的保存和运输·····	48
2.4.3 样品前处理·····	48
2.4.4 仪器分析·····	49
2.4.5 数据质量管理·····	49
2.5 结论 ·····	52
参考文献 ·····	52
附录 1 气相色谱/质谱联用法测定水中双酚 A 的不确定度评定 ·····	56
附录 2 固相萃取方式 ·····	61

3 水质 抗生素类监测分析方法研究 ····· 63

3.1 药物与个人护理品概述 ·····	63
3.1.1 抗生素药物的分类·····	63
3.1.2 抗生素药物的用途和使用情况·····	64
3.1.3 抗生素药物的环境行为·····	66
3.1.4 水环境中抗生素药物的污染现状·····	67
3.1.5 水环境中抗生素的主要来源·····	68
3.1.6 抗生素药物的危害·····	69
3.2 抗生素药物分析方法研究进展 ·····	71
3.2.1 现有标准-美国 EPA 1694 方法 ·····	71
3.2.2 样品保存——抗生素药物不稳定·····	82
3.3 水中抗生素类 HPLC/MS/MS 分析方法研究 ·····	83
3.3.1 方法原理·····	83
3.3.2 仪器耗材·····	84
3.3.3 样品前处理·····	86
3.3.4 仪器条件·····	86
3.3.5 定量分析·····	87
3.3.6 注意事项·····	89

3.3.7	质量控制和质量保证	90
3.3.8	实际样品测试	90
3.3.9	结论	97
	参考文献	98
4	水质 消毒副产物监测分析方法研究	100
4.1	水中卤乙酸的衍生化- GC/ECD 分析方法研究	100
4.1.1	引言	100
4.1.2	国内外分析方法概述	102
4.1.3	分析方法研究	115
4.1.4	质量控制要求	128
4.2	水中亚氯酸盐和氯酸盐的大体积进样-离子色谱分析方法研究	130
4.2.1	概述	130
4.2.2	水中亚氯酸盐、氯酸盐、溴酸盐及高氯酸盐的分析方法	134
4.2.3	资料性附录	142
4.3	水中三卤甲烷的吹扫捕集——GC-MS 分析方法研究	149
4.3.1	引言	149
4.3.2	三卤甲烷分析方法的研究进展	157
4.3.3	三卤甲烷的分析方法研究	161
4.3.4	质量控制与质量保证	172
	参考文献	174
5	环境热点污染物分析方法实验室间验证	179
5.1	分析方法实验室间验证原则	179
5.1.1	检出限的验证	179
5.1.2	测定下限的验证方法	180
5.1.3	精密度的验证方法	180
5.1.4	准确度的验证方法	180
5.2	水中烷基酚和双酚 A 的液液萃取-衍生化-气相色谱质谱 分析方法验证数据	180
5.2.1	方法检出限、测定下限验证数据	180
5.2.2	精密度验证数据	181
5.2.3	准确度的验证数据	186
5.2.4	三家实验室检出限、测定下限、精密度和准确度统计分析	187

5.2.5	方法验证结论	187
5.3	水中抗生素的液相色谱-串联质谱分析方法验证数据	188
5.3.1	方法检出限、测定下限验证数据	188
5.3.2	精密度验证数据	188
5.3.3	准确度的验证数据	198
5.3.4	3家实验室检出限、测定下限、精密度和准确度统计分析	200
5.3.5	方法验证结论	200
5.4	水中卤乙酸分析方法实验室间验证	201
5.4.1	方法检出限、测定下限测试数据	201
5.4.2	精密度测试结果	202
5.4.3	准确度的验证数据	204
5.4.4	3家实验室检出限、测定下限、精密度和准确度统计分析	205
5.4.5	方法验证结论	205
5.5	水中亚硝酸盐、硝酸盐和溴酸盐分析方法实验室间验证	205
5.5.1	方法检出限、测定下限测试数据	205
5.5.2	精密度验证数据	206
5.5.3	准确度的验证	208
5.5.4	三家实验室检出限、测定下限、精密度和准确度统计分析	208
5.5.5	方法验证结论	209
5.6	水中三卤甲烷的吹扫捕集/气相色谱-质谱分析方法实验室间验证	209
5.6.1	方法检出限、测定下限验证数据	209
5.6.2	精密度验证数据	209
5.6.3	准确度的验证数据	211
5.6.4	3家实验室检出限、测定下限、精密度和准确度统计分析	211
5.6.5	方法验证结论	212
6	环境热点污染物的典型流域监测示范应用	213
6.1	典型流域及特征污染源监测水样采集	213
6.1.1	典型流域的监测布点原则	214
6.1.2	特征污染源采样点	217
6.1.3	质量控制措施	217
6.2	典型流域环境热点污染物污染现状调查示范监测	218
6.2.1	典型流域监测方案	218
6.2.2	典型流域热点污染物监测结果	219
6.2.3	典型流域热点污染物监测结果讨论	225

6.3 特征污染源环境热点污染物的污染现状监测 229

6.3.1 特征污染源基本概况 229

6.3.2 特征污染源监测点位 229

6.3.3 特征污染源监测数据 229

6.3.4 特征污染源热点污染物监测结果讨论 233

参考文献..... 235

水环境热点污染物及污染现状

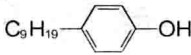
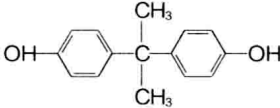
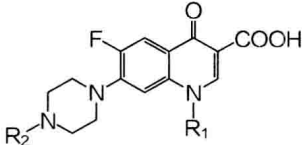
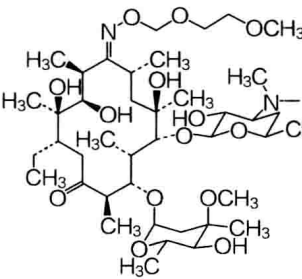
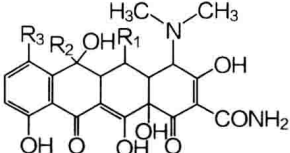
1.1 水环境热点污染物

随着工农业生产的发展和人们生活水平的提高，越来越多的化学物质被生产和使用，并通过各种途径最终排入水环境。其中，部分物质随着人们对其环境和生态风险的逐步认识而成为“新型污染物”，而社会关注度比较高的化合物往往被称为“热点污染物”。本书水环境热点污染物是指目前未被纳入水环境监测体系，对人体和环境有确定地危害作用，尚无相关的水环境质量和排放标准（或不完善），通常也无分析方法标准的热点污染物。新型和热点污染物一般有几类来源：一是合成或制造的新物质，如纳米材料，各种合成新药等；二是在生产和生活中已经存在一段时期，但人们早期没有认识到其生态毒性或认识不足，如内分泌干扰物壬基酚、药品和个人护理品等；三是部分化学品在生产或使用过程中生成了具有环境污染物特性的副产物，如消毒副产物等。新型和热点污染物环境污染现状和生态毒性已经成为全球关注的环境问题之一。目前，关注较多的水环境热点污染物主要有全氟有机化合物、人用与兽用药物、饮用水消毒副产物、遮光剂/滤紫外线剂、人造纳米材料、汽油添加剂、溴化阻燃剂等。我国目前也开展了一些水环境热点污染物的相关研究，主要集中在监测方法研究和零星的环境监测数据方面，监测数据缺乏系统性，代表性不强。

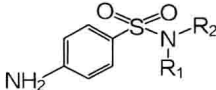
环境热点污染物种类繁多，本研究在“水体污染控制与治理科技重大专项”之“国家水环境监测技术体系研究与示范项目”框架下，按照以下原则选取了三类具

有较大影响的水环境热点污染物开展监测方法研究：一是环境和生态风险较为明确，社会关注度高的热点污染物；二是在我国水环境中普遍存在，来源广泛，浓度比较高的热点污染物；三是监测和调查需求比较迫切，预计将纳入监测体系的热点污染物。按照上述原则，本研究选择内分泌干扰物（主要指壬基酚类和双酚 A 等）、消毒副产物（三卤甲烷、卤乙酸、亚氯酸盐、氯酸盐等）和抗生素类三类水环境热点污染物。研究内容包括三类水环境热点污染物监测方法、方法实验室间验证、典型流域和污染源调查示范等。目标化合物见表 1-1。

■ 表 1-1 研究涉及的水环境热点污染物

序号	目标化合物名称	目标化合物数量	类别	分子式或结构式
1	壬基酚	1	内分泌干扰物	
2	双酚 A	1		
3	三卤甲烷	4	消毒副产物	CHX_3 , X= Cl 或 Br
4	卤乙酸	9		$\text{CH}_2\text{X}_n\text{COOH}$, X= Cl 或 Br
5	亚氯酸盐	1		ClO_2^-
6	氯酸盐	1		ClO_3^-
7	溴酸盐	1		BrO_3^-
8	高氯酸盐	1		ClO_4^-
9	喹啉酮类	4		
10	大环内酯类	2	抗生素类	
11	四环素类	3		

续表

序号	目标化合物名称	目标化合物数量	类别	分子式或结构式
12	磺胺类	12	抗生素类	
13	其他抗生素	1		

目前，我国存在着上述三类水环境热点污染物的众多排放源。从零星的研究报道来看，水环境中的残留情况已经相当普遍，应引起足够重视。为掌握我国水环境中三类热点污染物的污染现状，评估人体暴露水平和健康风险，开展水环境和典型污染源相关研究和调查是非常必要的。目前，我国尚没有针对水环境上述三类热点污染物的分析方法标准，因此，急需首先开展相关监测方法的系统研究，为方法标准化和在监测系统中推广使用提供技术基础，为典型流域热点污染物的监测调查研究提供手段，为这类污染物尽早纳入水环境监测体系积累基础和示范研究数据。

1.2 三类水环境热点污染物来源、危害及研究概述

1.2.1 壬基酚类和双酚 A

烷基酚包括 C₄~C₉ 酚，其中，壬基酚是指碳数为 9 的化合物。烷基酚主要用于表面活性剂、稳定剂及其分解产物，主要来源包括炼油、炼焦、造纸、制药和化工等工业排放的污水。低碳数的烷基酚是通过石油开采及处理过程进入水环境，其中，含碳数少的烷基酚的浓度高于含碳数高的烷基酚。随着烷基酚碳数的增加，水中的溶解度和降解速度减小，而生物体内蓄积性增强。烷基酚污染的另一个主要来源是被广泛用于涂料、清洁剂、杀虫剂生产的非离子表面活性剂烷基酚聚氧乙烯醚的降解产物壬基酚（NP）、辛基酚（OP）。研究表明，NP、OP 都具有较强的环境雌激素活性，是重要的内分泌干扰物质。研究发现壬基酚普遍存在于各类水体中，在水环境中壬基酚通常是烷基酚类中浓度最高的同系物，经常达到几百到几千 ng/L 的浓度水平，也是水体中浓度最高的有机污染物之一。

双酚 A 主要用于树脂原料、抗氧化剂和热敏纸，主要来源于塑料、精细化工等生产工程排放废水，在地表水中也有相当的检出比例。最近婴儿奶瓶和水杯中双酚 A 残留问题将双酚 A 再次引入人们视线。2011 年，绿色和平网站公布的一条有关宁波地区地表水壬基酚污染的新闻也引起当地政府和民众的关注^[1]。

壬基酚和双酚 A 可以扰乱人类和野生动物的内分泌系统的正常功能，损伤再生机能和产生恶性肿瘤，从而可能对人类健康和野生动物构成极大的威胁^[2]。

1998年5月,日本政府发表了题为“对环境内分泌扰乱物质的战略纲领”公文,其中烷基酚和双酚A被列为可以或者被怀疑可能引起内分泌学紊乱的化学品。双酚A被美国EPA、疾病控制和预防中心以及世界野生动物基金会(加拿大)等列为内分泌修正化学物质^[3]。英国环保部将内分泌干扰类物质的生产和排放加以控制,如禁止壬基酚表面活性剂的使用等,并于2000年实施内分泌干扰物质的研究行动计划。

虽然壬基酚和双酚A作为内分泌干扰物质的研究已经有几十年的历史,国内也有对其地表水、海水、生活污水等各类水体中浓度水平和来源研究的报道,但我国目前尚无水环境中壬基酚类和双酚A的检测方法的国标(环保行业标准)。这制约了将壬基酚和双酚A列入监测体系,也制约了国内开展水环境中壬基酚和双酚A污染状况的调查。因此,作为保证调查数据的科学性和准确性的必要手段,开展壬基酚和双酚A监测方法和质量控制方法的系统研究、方法的实验室间比对和监测应用示范是十分迫切的。

1.2.2 消毒副产物

研究表明,传统的饮用水氯消毒方式会产生许多对人体有致突变和致癌变作用的消毒副产物,对生活饮用水质量构成潜在危害。氯化消毒产生的消毒副产物(disinfection byproducts, DBPs)主要有三卤甲烷(trihalomethanes, THMs)、卤乙酸(haloacetic acids, HAAs)、亚氯酸盐和氯酸盐等。

有研究表明,饮用水中以氯仿为主的三卤甲烷的产生机理是氯化消毒时,氯与水中存在的天然有机物如腐殖酸、富里酸等有机物发生反应而形成,如果水中含有一定量的溴化物,又会生成相应的溴化消毒副产物^[4~7]。多年来,国内外研究机构对饮用水与肿瘤的相关性进行了大量的调查研究,确认三卤甲烷与直肠、结肠等消化系统癌症有关。

卤代乙酸在氯化消毒副产物中的含量高达14%。现有的研究表明,卤代乙酸的致癌风险占消毒副产物总致癌风险的91.9%以上,是公认引起严重健康危害的消毒副产物,其生殖毒性、发育毒性、肝脏毒性、诱变性及可疑致癌性受到特别关注。

相关研究结果表明亚氯酸盐对肝功能和免疫反应功能有影响,导致含巯基基团受到抑制,肝出现坏死病变,肾和心肌营养不良。亚氯酸盐对于哺乳期的幼仔尤其不利^[8]。世界卫生组织(WHO)指出,亚氯酸盐属于能够生成高铁血红蛋白的化合物而影响人体正常代谢机能。

除上述氯消毒副产物外,饮用水臭氧消毒副产物溴酸盐也被列为本研究的目标化合物。溴酸盐在国际上被定为2B级的潜在致癌物,是在各个饮用水行业厂家大量使用臭氧进行杀菌的过程中,不可避免产生的一种毒副产物。由于国家的饮用水

标准对菌落总数要求非常严格,因此,用臭氧消毒公共饮用水所产生的无机消毒副产物溴酸盐就在所难免^[9~11]。随着中国《生活饮用水卫生标准》于2007年7月1日正式实施以及国家去年开始为矿泉水新标准征集意见,这个隐藏在中国饮用水行业中10余年的“秘密化合物”开始浮出水面。

另外,本研究也对新型持久性污染物高氯酸盐的检测方法开展了研究。高氯酸盐主要用作火箭燃料和烟火中的氧化剂和安全气囊中的爆炸物。高氯酸镁或高氯酸钡可用作高效脱水剂。固体高氯酸盐的溶解度较大,溶解后产生的高氯酸根性质稳定,可以在自然水环境中稳定存在几十年。由于高氯酸盐具有高水溶性、低吸附性、高流动扩散性和高稳定性,在环境中能够持久存在,所以成为一种新的持久性污染物^[12],越来越受到人们的重视。高氯酸盐的纯固体,如高氯酸氨可通过皮肤进入人体。灰尘状的高氯酸盐会刺激皮肤、眼睛以及黏膜,引起气喘咳嗽等症状。

目前,国内外对水环境中氯消毒副产物的研究主要集中在饮用水方面。

我国对消毒副产物的监测目前仅限于饮用水,《生活饮用水卫生标准》(GB 5749—2006)监测项目为三种卤乙酸、亚氯酸盐和氯酸盐,而目前研究认为的相对浓度比较高,对人体有危害作用的有9种卤乙酸,三卤甲烷也是一类重要的氯消毒副产物。另外,消毒副产物也可能进入污水处理厂出水、地表水等水体,直接或间接地影响人体健康,有必要开展除饮用水之外的其他水体中的监测。因此《生活饮用水卫生标准》中的方法不能满足水环境消毒副产物的监测要求。

1.2.3 抗生素类

由于我国人用和兽用药品滥用的问题比较严重,通过生产环节和人畜排泄进入环境水体的抗生素污染问题不容忽视。开展水环境中药品、个人护理品的污染研究是目前新型污染物研究的一个热点领域。近百年来,抗生素被长期大量地用于人和动物的疾病治疗,同时,以亚治疗剂量添加于动物饲料长期用于动物疾病的预防和促进生长。至21世纪初期,抗生素(Antibiotics)家族已发展到几千种,常用的抗生素一般按化学结构的不同分成如下几类:β-内酰胺类、四环素类、磺胺类、大环内酯类、喹诺酮类等。进入到生物体或人体内的抗生素不能完全被机体吸收,大部分以抗生素原形或代谢物形式经由病人和畜禽粪尿排入环境,其比例可高达85%以上。由于抗生素的滥用,大量耐药性致病菌层出不穷。例如,2010年发现的新型超级细菌NDM-1,导致南亚、英国等107名患者身体畸形。抗生素经不同途径进入到环境后,对土壤、水体造成污染,抗生素在环境中的残留、归宿以及对环境的影响已经成为全球关注的焦点。

环境中残留抗生素的生态影响可主要概况为以下几个方面。

(1) 大多数抗生素都有很广的抗菌谱(如革兰氏阳性菌和革兰氏阴性菌),能

够杀死环境中某些种属和群类的微生物,或抑制某些微生物的生长、繁衍,从而破坏环境中固有的生态平衡,进而影响整个食物链和人类。

(2) 诱发和传播抗生素耐药菌: 抗生素进入环境后, 会诱发和传播大量耐药菌, 鱼塘等水体和土壤等环境是耐药菌产生的重要场所。

(3) 由于抗生素的难降解性, 使其可以在食物链中不断累积, 毒性也随之逐级增加。因此, 对于处于各级食物链顶端的人类来说, 所受的危害无疑是最大的。长期食用存在抗生素残留的食品, 当体内蓄积的药物浓度达到一定量时会产生多种急慢性中毒。

整体来看, 由于缺乏对抗生素环境污染的重视, 全球滥用抗生素的现象比较普遍。欧盟和瑞士每年约有 5460t 抗生素用于人体健康, 3465t 用于动物健康。2000 年, 美国大约使用了 1.62×10^4 t 抗生素, 而全球抗生素的使用量估计为 $10 \times 10^4 \sim 200 \times 10^4$ t。我国的抗生素使用量也较高。我国住院患者抗生素药物使用率高达 80%, 其中, 使用广谱抗生素和联合使用两种以上抗生素的占 58%, 住院病人抗菌药物的费用占总费用的 50% 以上^[13]。据《中国经济导报》报道, “十五” 期间, 我国药品需求年平均递增速度将达到 12% 左右, 抗生素的销售额占全部药品的 1/4 以上^[14]。

近年来, 对我国各类水体中抗生素残留的报道逐渐增多。虽然我国的抗生素滥用情况比较严重, 但从未开展流域或区域水环境中抗生素的残留调查, 水环境抗生素污染的整体情况不明。

1.3 三类水环境热点污染物监测技术基础及存在问题

针对三类水环境热点污染物监测技术和污染状况, 目前国内外已有一些研究报道, 但存在分析方法适用范围小(如只适用于饮用水)、目标化合物不全、方法性能不满足监测要求(如灵敏度不够)等问题, 需要开展系统的分析方法研究、实验室间方法验证和监测示范研究。三类水环境热点污染物监测技术基础及存在问题如下。

1.3.1 壬基酚类和双酚 A

目前, 壬基酚类和双酚 A 的国外分析方法标准主要有: 《工业用水和废水中烷基酚的测试方法》(JIS K0450-20-10—2002), 《工业水和废水中双酚 A 的试验方法》(JIS K0450-10-10—2000), 《水质烷基苯酚测定》(ISO 18857-1—2005)。

国内目前没有水环境和废水中壬基酚和双酚 A 的分析方法标准。

20 世纪 50 年代开始, 水体中烷基酚和双酚 A 分析方法的研究报道逐渐增多。主要的萃取方法有固相萃取法、固相微萃取法、搅拌棒固相萃取法、液液萃取法。目前, 水质中的烷基酚和双酚 A 最常用的萃取方法有液液萃取、固相萃取技术。固相萃取技术是根据液相分离、解析、浓缩等原理, 使样品溶液混合物通过固相柱后, 样品中某些组分保留在柱中, 再通过合适的溶剂把保留组分洗脱下来, 从而达