



中华人民共和国国家标准

GB 13198—91

水质 六种特定多环芳烃的测定 高效液相色谱法

Water quality—Determination
of specified six polynuclear
aromatic hydrocarbons—High
performance liquid chromatography

1991-08-31 发布

1992-06-01 实施

国家技术监督局
国家环境保护局

发布

中华人民共和国国家标准

水质 六种特定多环芳烃的测定 高效液相色谱法

GB 13198—91

Water quality—Determination
of specified six polynuclear
aromatic hydrocarbons—High
performance liquid chromatography

1 适用范围

本标准规定了测定水中多环芳烃(PAH)的高效液相色谱(HPLC)法。本标准参照采用国际标准 ISO/DIS 7981/2 高效液相色谱法分析的六种特定多环芳烃。

本标准适用于饮用水、地下水、湖库水、河水及焦化厂和油毡厂的工业污水中荧蒹、苯并(b)荧蒹、苯并(k)荧蒹、苯并(a)芘、苯并(ghi)芘、茚并(1,2,3-cd)芘六种多环芳烃的测定。

本法用环己烷提取水中多环芳烃,提取液通过弗罗里硅土柱,PAH 吸附在柱上,用丙酮加二氯甲烷混合溶液脱附 PAH 后,用配备荧光和(或)紫外检测器的高效液相色谱仪测定。本方法对六种 PAH 通常可检测到 ng/L 水平。

水样中若存在可被共萃取的能产生荧光信号或熄灭荧光的物质对本法也有干扰。本法用弗罗里硅土柱层析净化分离,可降低荧光背景。

2 试剂和材料

2.1 高效液相色谱流动相为水和甲醇的混合溶液。

2.1.1 甲醇:分析纯,用全玻璃仪器重蒸馏,要求有足够低的空白。

2.1.2 水:电渗析水或蒸馏水,加高锰酸钾在碱性条件下重蒸。在测定的化合物检测限内未观察到干扰。

2.2 配制标准样品和水样预处理使用的试剂和材料。

2.2.1 二氯甲烷(CH_2Cl_2):用全玻璃蒸馏器重蒸馏,在测定化合物检测限内不出现色谱干扰为合格。

2.2.2 丙酮($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$):同 2.2.1。

2.2.3 环己烷:分析纯,同 2.2.1。

注:若环己烷的纯度不够,可采用附录中两种办法中的任一种进行净化。

2.2.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4):分析纯,在 400 °C 加热 2 h。

2.2.5 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$):分析纯。

2.2.6 弗罗里硅土(Florisil):60~100 目,色层分析用。在 400 °C 加热 2 h。冷却后,用水(2.1.2)调至含水量为 11%(m/m)。

2.2.7 碱性氧化铝:层析用,50~200 μm ,活度为 Brockmann I 级。达到 I 级的制法如下:

将氧化铝加热至 550 ± 20 °C 至少 2 h,冷却至 200~250 °C,移入放有高氯酸镁的干燥器内,继续冷却,即得活度为 Brockmann I 级的氧化铝。在干燥器内可存放五天。

2.2.8 柱层析用硅胶:100 目,在 300 °C 活化 4 h。