

HPLC- RF 法快速测定水中苯并(a) 芘

吴润琴, 唐宏兵

(常州市卫生防疫站, 江苏 常州 213003)

摘要: 利用高效液相色谱仪(HPLC), 将样品中苯并(a) 芘与其他有机物分离, 并同荧光分光光度计(RF)的微流动池相联, 作荧光测定, 组成了 HPLC- RF 测定体系, 进行饮用水检测。该方法相对标准差为 4.5%~7.2%, 回收率为 86.5%~93.5%, 检测限为 0.000 9 $\mu\text{g/L}$ 。

关键词: 苯并(a) 芘; 测定; 水; HPLC- RF

中图分类号: O 657.7⁺2

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2000)04-0029-02

Fast Determination of B(a)p in Water by HPLC- RF

WU Run-qin, TANG Hong-bing

(Changzhou Municipal Sanitary Station, Changzhou, Jiangsu 213003, China)

Abstract: With high performance liquid chromatography(HPLC), B(a)p in samples was separated from other organic chemicals and was detected by fluorescence detector (RF) and micro pool. The relative standard deviation was 4.5%~7.2%, recovery was 86.5%~93.5%, and detection limit was 0.000 9 $\mu\text{g/L}$.

Key words: B(a)p; Determination; Water; HPLC- RF

苯并(a) 芘是多环芳烃中致癌性最强的化合物之一。环境中多环芳烃主要来自煤和石油的燃烧以及裂解过程。在热电厂、煤气厂、焦化厂以及石油化工企业的生产中, 都有多环芳烃排入大气, 这些企业的废水中也都含有多环芳烃。我国地表水环境质量标准(GHZZB 1-1999)规定 III类水苯并(a) 芘含量为 2.8×10^{-6} mg/L 。因此, 对水体中苯并(a) 芘的日常检测具有重要意义。目前苯并(a) 芘的检测主要采用层析- 荧光分光光度法^[1,2]和高效液相色谱法^[3,4]。今应用高效液相色谱仪和荧光分光光度计对日常饮用水中苯并(a) 芘进行检测, 满足了地表水的测定要求。

1 试验

1.1 主要仪器及试剂

高效液相色谱仪, 510 泵, Waters 公司; Rheodyne 7725i 六通进样阀, 带 20 μL 进样定量管; RF-5301 荧光分光光度计, 带 12 μL 液相微流动池, 日本岛津公司; NOVA-PAK C 18 色谱柱, 150 mm \times 3.9 mm \times 5 μm 。石油醚(沸程 60 $^{\circ}\text{C}$ ~90 $^{\circ}\text{C}$ 重蒸馏); 甲醇(高效液相色谱专用);

0.05 mg/L 苯并(a) 芘标准溶液: 临用时, 用甲醇稀释 0.040 g/L 苯并(a) 芘标准储备液(江苏省卫生防疫站提供); 重蒸水。

1.2 测定条件

流动相 甲醇 水= 90:10, 0.7 mL/min ; RF5301PC 工作站; 波长 激发 368 nm, 发射 407 nm; 狭缝宽 激发 5 nm, 发射 5 nm; 数据采集间隔 0.02 min。

1.3 微流动池校正

在激发波长 400 nm、发射波长 450 nm 的条件下, 将 10 $\mu\text{g/L}$ 硫酸奎宁溶液 5 mL 由微流动池流动相进口处注入管道, 调节前后左右旋钮使荧光值达最大。

1.4 校准曲线绘制

分别吸取一系列 0.05 mg/L 苯并(a) 芘标准溶液盛于有 500 mL 水的分液漏斗中, 加入石油醚 10 mL, 用力震荡 400 次, 静置分层后, 弃去水相, 经无水硫酸钠脱水后, 移入自制浓缩瓶中(图 1), 以高纯氮气吹至近干, 用甲醇定容至 0.5 mL, 进样

收稿日期: 1999-11-01; 修订日期: 2000-04-03

第一作者简介: 吴润琴(1955-), 女, 江苏常州人, 主管技师, 大学, 长期从事检验分析工作, 曾发展论文 5 篇。

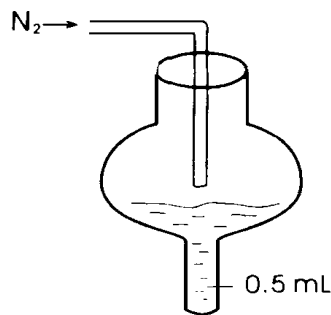


图1 浓缩装置

20 μL 测定。以浓度与荧光强度作线性回归, 回归方程为 $y = 357.92x + 3.685$, $r = 0.9998$ 。色谱图见图2。

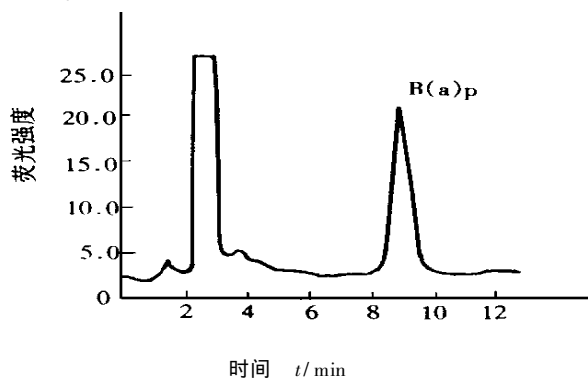


图2 苯并(a)芘标准品色谱峰

1.5 水样测定

取水样 500 mL 于分液漏斗中, 以下按绘制校准曲线步骤进行, 进样 20 μL 测定。

2 结果与讨论

2.1 萃取溶剂的选择

根据文献[3]报道, 用石油醚、环己烷和苯3种溶剂萃取水中苯并(a)芘的效率无明显差异, 从溶剂毒性和挥发性考虑, 选用石油醚作为萃取溶剂。

2.2 精密度

对两种模拟水样作精密度试验, 每个水样平行测定6次, 每次进样 20 μL , 结果见表1。

表1 精密度试验 ($n = 6$)

编号	测定值	mg/L	
		\bar{x}	RSD / %
1	0.039 0~0.044 1	0.041 2	4.5
2	0.006 0~0.007 2	0.006 9	7.2

2.3 加标回收率

分别取不同含量的模拟水样进行加标回收试验, 结果列表2, 回收率为 86.5%~93.5%。

表2 加标回收试验

			mg/L
本底值	加标量	测定值	回收率 / %
0.041 2	0.020	0.059 9	93.5
0.006 9	0.020	0.024 2	86.5

2.4 方法检测限

将仪器调到最佳状态, 测出3倍噪声的荧光强度值为 4.210, 代入校准曲线, 得浓缩液的检测限为 0.000 9 mg/L, 以 500 mL 水样浓缩至 0.5 mL 计算, 方法的检测限为 0.000 9 $\mu\text{g/L}$ 。

用该方法对 31 个不同时期的不同水样进行了测定, 绝大多数水样未超过地表水环境质量标准, 样品中最高值为 0.003 1 $\mu\text{g/L}$ 。

该方法灵敏度高, 操作简便、快速, 适合于环境水样中苯并(a)芘的分析。

苯并(a)芘具有强致癌性, 实验过程中必须配戴防护手套, 避免皮肤与标准溶液直接接触。使用过的玻璃仪器, 用水冲洗后, 弃之不用; 对不便弃去的, 应用石油醚反复冲洗, 作好标签, 以便下次平行使用, 避免交叉污染。

参考文献

- [1] GB 5750-85. 生活饮用水标准检验法[S].
- [2] 鲁长豪, 许春向, 李振波, 等. 食品理化检验学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1992. 130~132.
- [3] 朱民, 江夕夫. 萃取-高效液相色谱法测定水中 B(a)p [J]. 中国公共卫生, 1999, 15(2): 143~144.
- [4] 中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所. 车间空气检测检验方法[M]. 第3版, 北京: 人民卫生出版社, 1990. 235~238.

• 动态 •

日本制定二噁英水质标准

为了加强对水域中二噁英的控制, 日本环境厅制定公共水域的二噁英水质标准为 1 $\mu\text{g/L}$ 。同时加强对工厂、事业场所等二噁英排放源的管理。

洪蔚编译自《资源环境对策》1999, Vol 35 No 16