



# 中华人民共和国国家标准

GB 11895—89

---

## 水质 苯并(a)芘的测定 乙酰化滤纸层析荧光分光光度法

Water quality—Determination of benzo(a)-  
pyrene—Acetylated paper chromatography  
with fluorescence spectrophotometric method

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 水质 苯并(a)芘的测定 乙酰化滤纸层析荧光分光光度法

GB 11895—89

Water quality—Determination of benzo(a)-  
pyrene—Acetylated paper chromatography  
with fluorescence spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本方法规定了测定水质中苯并(a)芘〔以下简称 B(a)P〕的方法。

本标准适用于饮用水、地面水、生活污水、工业废水。最低检出浓度为 0.004 μg/L。

注意：B(a)P 是一种由五个环构成的多环芳烃，它是多环芳烃类的强致癌代表物。基于 B(a)P 的强致癌性，按本标准方法分析时必须戴抗有机溶剂的手套，操作应在白搪瓷盘中进行（如溶液转移、定容、点样等）。室内应避免阳光直接照射，通风良好。

### 2 原理

水中多环芳烃及环己烷可溶物经环己烷萃取（水样必须充分摇匀），萃取液用无水硫酸钠脱水、浓缩，而后经乙酰化滤纸分离。分离后的 B(a)P 用荧光分光光度计测定。

### 3 试剂

除另有说明外，分析时均使用分析纯试剂和蒸馏水。

3.1 B(a)P 标准溶液的配制：称取 5.00 mg 固体标准 B(a)P 于 50 mL 容量瓶中〔因 B(a)P 是强致癌物，为了减少污染，以少转移为好〕，用少量苯溶解后，加环己烷至标线，其浓度为 100 μg/mL。将此贮备液用环己烷稀释成 10 μg/mL 的标准使用液，避光贮于冰箱中。

3.2 乙酰化滤纸的制备：把 15×30 cm 的层析滤纸 15 至 20 张卷成高 15 cm 的圆筒状，逐张放入 1 000 mL 高型烧杯中，杯壁与靠杯的第一张纸间插入一根玻璃棒，杯中间放一枚玻璃熔封的电磁搅拌铁芯。在通风柜中，沿杯壁慢慢倒入乙酰化剂（由苯+乙酸酐+浓硫酸=750 mL+250 mL+0.5 mL 混合配制成），磁力恒温搅拌器的温度保持 55±1℃，连续反应 6 h。取出乙酰化滤纸，用自来水漂洗 3~4 次，再用蒸馏水漂洗 2~3 次，晾干。次日用无水乙醇浸泡 4 h 后，取出乙酰化滤纸，晾干压平，备用。

3.3 环己烷，重蒸。用荧光分光光度计检查：在荧光激发波长 367 nm，狭缝 10 nm；荧光发射狭缝 2 nm，波长 405 nm 应无峰出现。

3.4 丙酮，重蒸。

3.5 甲醇。

3.6 乙醚。

3.7 苯，重蒸。

3.8 乙酸酐。

3.9 硫酸， $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

3.10 无水硫酸钠。

3.11 二甲基亚砜(DMSO):用前先用环己烷萃取两次(500 mL 二甲基亚砜加 50 mL 环己烷萃取)。弃去环己烷后备用。

#### 4 仪器

常用实验室设备和下列仪器。

4.1 备有紫外激发和荧光分光的荧光分光光度计,光程为 10 mm 的石英比色皿。

4.2 紫外分析仪(带 365 nm 或 254 nm 的滤光片)。

4.3 康氏振荡器。

4.4 磁力恒温搅拌器。

4.5 立式离心机,转速为 4 000 r/min。

4.6 分液漏斗,1 L、3 L、100 mL。活塞上禁用油性润滑剂,活塞直接用水或有机溶剂润滑即可。

4.7 锥形瓶,250 mL。具磨口玻璃塞。

4.8 恒温水浴锅。

4.9 层析缸。

4.10 具磨口塞刻度离心管,5 mL。

4.11 点样用玻璃毛细管(自制)。

4.12 分析天平,感量 0.01 mg。

#### 5 样品保存

水样应贮于玻璃瓶中并避光,当日(24 h 内)用环己烷萃取,环己烷萃取液放入冰箱中保存。

#### 6 步骤

##### 6.1 样品和标样的预处理

###### 6.1.1 清洁水和地面水萃取

取充分混匀的清洁水样 2 000 mL 放入 3 000 mL 分液漏斗中,用环己烷萃取两次,每次用 50 mL,在康氏振荡器上每次振荡 3 min,取下放气,静置半小时,待分层后,将两次环己烷萃取液收集于具塞锥形瓶中,弃去水相部分。

###### 6.1.2 工业废水的萃取

取混匀的工业废水样 1 000 mL,放入 1 000 mL 分液漏斗中,每次用 50 mL 环己烷萃取两次,在康氏振荡器上每次振荡 3 min,取下放气,静置半小时,待分层后,将两次环己烷萃取液收集于具塞锥形瓶中,弃去水相部分。

###### 6.1.3 脱水、浓缩

在(上述)环己烷萃取液中加入无水硫酸钠(约 20~50 g),静置至完全脱水(约 1~2 h),至具塞锥形瓶底部无水为止。如果环己烷萃取液颜色比较深,则将脱水后环己烷定容至 100 mL,分取其一定体积浓缩;如果颜色不深则全部浓缩。在温度为 70~75℃用 KD 浓缩器减压浓缩至近干,用苯洗涤浓缩管壁三次,每次用 3 滴,再浓缩至 0.05 mL,以备纸层析用。

###### 6.1.4 纸层析分离

在乙酰化滤纸 30 cm 长的下端 3 cm 处,用铅笔画一横线,横线两端各留出 1.5 cm,以 2.4 cm 的间隔将标准 B(a)P 与样品浓缩液用玻璃毛细管交叉点样。点样斑点直径不超过 3~4 mm。点样过程中用冷风吹干。每支浓缩管洗两次,每次用一滴苯,全部点在纸上。将点过样的层析滤纸挂在层析缸内架子上,加入展开剂[甲醇+乙醚+蒸馏水=4+4+1(体积比)],直到滤纸下端浸入展开剂 1 cm 为止。加盖,用透明胶纸密封。于暗室中展开 2~4 h。取出层析滤纸,在紫外分析仪照射下用铅笔圈出标样 B(a)P 斑