

ICS 13.000.01
Z 50

SL

中华人民共和国水利行业标准

SL 465—2009

高效液相色谱法测定水中
多环芳烃类化合物

**Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in
water by high performance liquid chromatography**

2010-01-14 发布

2010-04-14 实施

中华人民共和国水利部 发布

https://www.sizjxx.com
水利造价信息网

中华人民共和国水利部
关于批准发布水利行业标准的公告

2010 年第 3 号

中华人民共和国水利部批准《气相色谱法测定水中酚类化合物》(SL 463—2009) 等 5 项标准为水利行业标准，现予以公布。

序号	标准名称	标准编号	替代标准号	发布日期	实施日期
1	气相色谱法测定水中酚类化合物	SL 463—2009		2010.1.14	2010.4.14
2	气相色谱法测定水中酞酸酯类化合物	SL 464—2009		2010.1.14	2010.4.14
3	高效液相色谱法测定水中多环芳烃类化合物	SL 465—2009		2010.1.14	2010.4.14
4	冰封期冰体采样与前处理规程	SL 466—2009		2010.1.14	2010.4.14
5	生态风险评价导则	SL/Z 467—2009		2010.1.14	2010.4.14

二〇一〇年一月十四日

目 次

前言	4
1 范围	5
2 规范性引用文件	5
3 术语和定义	5
4 方法概述	6
5 空白控制	6
6 装置及设备	6
7 试剂	7
8 样品采集与保存	8
9 样品前处理	8
10 液相色谱分析	9
11 校准与数据处理	9
12 质量控制与质量保证	10
13 方法的精密度、准确度和检出限	11
14 注意事项	13

前 言

为满足我国当前水质监测的需要，按照国家技术监督局发布的 **GB/T 1.1—2009** 《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和 **GB/T 20001.4—2001** 《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》，编制本标准。

本标准包括以下内容：

- 范围；
- 规范性引用文件；
- 术语和定义；
- 方法概述；
- 空白控制；
- 装置及设备；
- 试剂；
- 样品采集与保存；
- 样品前处理；
- 液相色谱分析；
- 校准与数据处理；
- 质量控制与质量保证；
- 方法的精密度、准确度与检出限；
- 注意事项。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部。

本标准主持机构：水利部水文局。

本标准解释单位：水利部水文局。

本标准主编单位：水利部水环境监测评价研究中心。

本标准出版、发行单位：中国水利水电出版社。

本标准主要起草人：周怀东、陆瑾、刘晓茹、高继军、刘玲花、郝红、赵高峰、万晓红、高博、袁浩、余明星、吴佳鹏、王永华。

本标准审查会议技术负责人：齐文启。

本标准体例格式审查人：乐枚。

高效液相色谱法测定水中多环芳烃类化合物

1 范围

本标准规定了水中多环芳烃类化合物的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于地表水、地下水和生活饮用水中多环芳烃类化合物的测定。
本标准可检测的多环芳烃类化合物见表 1。

表 1 本标准可检测的多环芳烃类化合物

化合物中文名称	英文名称	化学文摘登记号
萘	naphthalene	91—20—3
萘烯	acenaphthylene	208—96—8
萘	acenaphthene	83—32—9
芴	fluorene	88—73—7
菲	phenanthrene	85—01—8
蒽	anthracene	120—12—7
荧蒽	fluoranthene	206—44—0
芘	pyrene	129—00—0
苯并 (a) 蒽	benzo (a) anthracene	56—55—3
䟽	chrysenes	218—01—9
苯并 (b) 荧蒽	benzo (b) fluoranthene	205—99—2
苯并 (k) 荧蒽	benzo (k) fluoranthene	207—08—9
苯并 (a) 芘	benzo (a) pyrene	50—32—8
二苯并 (a, h) 蒽	dibenzo (a, h) anthracene	53—70—3
苯并 (ghi) 䟽	benzo (ghi) perylene	191—24—2
䟽并 (1, 2, 3-cd) 芘	indeno (1, 2, 3-cd) pyrene	193—39—5

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

SL/Z 390 水环境监测实验室安全技术导则

SL 391 有机分析样品前处理方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

现场空白 **field reagent blank (FRB)**

按水样采集的步骤、采用相同的装置和试剂，在采样现场，用高纯水充满采样瓶，密封后随样品一起运回实验室，运送、保存及分析方法与水样一致。

3.2

实验室试剂空白 **laboratory reagent blank (LRB)**

把一份高纯水或其他空白基体按照样品的程序进行前处理和测定。

3.3

实验室加标空白 laboratory fortified blank (LFB)

在一份高纯水或其他空白基体中加入已知量的待测物，按照样品分析步骤进行前处理和测定。

3.4

实验室样品基质加标 laboratory fortified sample Matrix (LFM)

在实测样品中加入已知量的待测物，按照样品分析步骤进行前处理和测定，基质加标实验用来检查样品基质中是否含有干扰物质。

3.5

现场平行样 field duplicates (FD)

同一时间，同一采样地点，在同等的采样和保存条件下，采集平行双样送实验室，按照相同的分析步骤进行前处理和测定。

3.6

回收率指示物 surrogate (SUR)

在样品萃取前加入已知量的纯物质到样品中，并按照分析样品其他组分的程序进行处理和分析。

4 方法概述

取 **2L** 水样（水样体积视待测物的浓度而定），加入回收率指示物，通过 **C18** 固相萃取柱吸附，用二氯甲烷洗脱，洗脱液经脱水、浓缩、溶剂置换为乙腈后，通过具有紫外和荧光检测器的液相色谱仪进行检测，经定性、定量分析，最终求出各目标化合物的浓度。

5 空白控制

5.1 方法干扰物可能由溶剂、试剂、玻璃器皿和其他样品处理仪器中的污染物导致，因此溶剂、试剂（包括高纯水）、玻璃容器及处理样品所用其他器皿均应采用全程序空白，确保干扰物不会干扰待测物的定性和定量分析。

5.2 所有玻璃器皿应认真清洗。首先用重铬酸钾洗液清洗，然后依次用自来水、高纯水冲洗，最后用有机溶剂淋洗，风干，铝箔封口，避免沾污。非定量用玻璃器皿可在马弗炉中 **400℃** 加热 **2h** 代替有机溶剂淋洗，定量用的玻璃器皿不应在超过 **120℃** 条件下加热。

5.3 样品处理过程中所用的玻璃棉使用前应先用 **50mL** 丙酮淋洗，再用 **50mL** 所选择的淋洗液进行淋洗，风干后，在 **450℃** 加热纯化 **4h**。

5.4 实验所用的硫酸钠应是玻璃瓶包装的，使用前应先于 **500℃** 下烘烤 **4h** 进行纯化。为了避免重复污染，净化好的硫酸钠应保存在带有玻璃塞的玻璃瓶中，保存时间不应超过 **2** 周。

5.5 在样品萃取过程中，会发生共萃取现象，一些共萃物可能会对高效液相色谱分析产生干扰，由共萃物引起的干扰随样品来源不同而有所差异，总有机碳含量高的水样，其基线和干扰峰可能更高一些，需要在前处理过程中进行净化处理。

5.6 高浓度、低浓度样品穿插分析时，也可能造成沾污，因此当高浓度样品分析结束后，应一次或多次注射乙腈溶剂，分析试剂空白，证明没有干扰后，方可分析下一个样品，以确保样品分析的准确性。

6 装置及设备

6.1 样品瓶：**1L、2.5 L、5L** 带聚四氟乙烯内衬螺旋盖的棕色玻璃瓶或棕色磨口玻璃瓶。

6.2 **2mL** 棕色玻璃瓶，带聚四氟乙烯内衬螺旋盖，用于盛装标准溶液和提取液。

6.3 容量瓶：**A** 级，**1mL、5mL、10mL、100 mL**。

6.4 微量注射器：**10μL、50μL、100μL**。

- 6.5 层析柱：**300mm（长度）×10mm（直径）玻璃管，配有聚四氟乙烯旋塞阀，底端不配玻璃滤盘。
- 6.6 玻璃试管：**用于收集萃取柱的洗脱液。
- 6.7 烧瓶：**200mL。
- 6.8 K-D 浓缩管：**25mL 梨形瓶，下部连接有 1mL 刻度浓缩管，刻度应进行标定。
- 6.9 量筒：**1000 mL、5 mL。
- 6.10 过滤装置：**包括真空泵、板式过滤器、抽滤瓶、0.45 μm 的玻璃纤维或聚四氟乙烯微孔滤膜。
- 6.11 固相萃取装置：**包括萃取缸、聚四氟乙烯管线、真空泵。
- 6.12 固相萃取柱：**1g，内装 C18 吸附剂或 HLB（由亲脂性二乙烯苯和亲水性 N-乙烯基吡咯烷酮两种单体按一定比例聚合而成的大孔共聚物吸附剂）。
- 6.13 旋转蒸发器和氮吹仪。**
- 6.14 天平，**万分之一天平。
- 6.15 液相色谱仪：**带有可调波长荧光检测器和可调波长紫外检测器的液相色谱仪（HPLC）。
- 6.16 色谱柱：**LC-PAH 专用柱，填料颗粒直径 5μm，25cm×4.6 mm。

7 试剂

7.1 高纯水

不含有机物的二次蒸馏水，将碱性高锰酸钾溶液加入水中再蒸馏，在再蒸馏的过程中应始终保持水中高锰酸钾的紫红色不得消退，否则应及时补加高锰酸钾。蒸馏过程在全石英或玻璃容器中进行，承接冷凝水的容器也应用玻璃瓶。

7.2 无水硫酸钠

分析纯，在 500℃ 加热 4h，稍冷至 100℃ 左右，放入干燥器中备用，最好是硫酸干燥器。

7.3 氯化钠晶体

分析纯，450℃ 烘 4h，去除有机物干扰，保存在玻璃瓶中。

7.4 盐酸

优级纯，6mol/L。

7.5 硫代硫酸钠

分析纯。

7.6 有机溶剂

色谱纯，包括甲醇、乙腈、二氯甲烷、戊烷、环己烷等。

7.7 标准储备液(1000mg/L)

准确称取各化合物纯品 0.1 g（准确至 0.1 mg），用乙腈定容至 100mL，储存在棕色玻璃瓶中，4℃ 以下避光保存。

7.8 回收率指示物基准溶液(500 mg/L)

准确称取 0.05 g（准确至 0.1 mg）氘代 或 氘代比，用乙腈溶解，定容于 100mL 容量瓶中，储存在棕色玻璃瓶中，4℃ 以下避光保存。

7.9 标准工作液

用乙腈溶剂稀释标准储备液（见 7.7），每种化合物需要至少 3 种不同的浓度（推荐使用 5 个浓度点），标准溶液应有 1 个浓度接近并高于方法检出限，其他的浓度应包括实际样品中化合物的预计浓度范围。推荐的标准溶液浓度如下：2 mg/L、1 mg/L、0.5 mg/L、0.1 mg/L 和 0.05 mg/L。向每个标准工作溶液中加入回收率指示物，使得每个标准工作溶液中回收率指示物的浓度均为 2 mg/L。将这些溶液储存在棕色玻璃瓶中，4℃ 以下避光保存。

8 样品采集与保存

8.1 若采集自来水，打开水龙头，让水流出至水温稳定（通常需要 3~5 min）后，调整流速至大约 500 mL/min。

8.2 若从开放水体采集水样时，选择有代表性的区域采集水样至采样瓶中。若用采样器采集样品，采样器与水接触部分应是惰性材料，如不锈钢或聚四氟乙烯材料等，不能含有塑料管、橡胶垫片等。采样器在使用前，应清洗干净。

8.3 如果水样中含余氯等氧化性物质，应先往每升水样中加 50mg 硫代硫酸钠，待完全溶解后，向水样中加入数滴 6mol/L 盐酸，使水样的 pH 值小于 2，防止某些待测组分的生物降解。

8.4 采集完的样品，在富集之前应保持样品瓶密封，并在 4℃ 以下避光冷藏保存。所有样品应在采集后 7d 内完成富集萃取，并在 40d 内完成最终的分析。

8.5 每批水样应至少采集一个现场空白样，并采集约 10% 的现场平行样。若要向采集的样品中加入硫代硫酸钠和盐酸，空白样品和平行样品中也要按相同的步骤操作。

9 样品前处理

9.1 水样的预处理

从贮藏库中取出样品（水样、空白样和平行样等），平衡至室温。每升水样中分别加入 5g 氯化钠，待完全溶解后，加入 10ml 甲醇，混匀。

若水样中的悬浮物较多，则先用微孔滤膜过滤水样，再用约 10mL 甲醇清洗样品瓶内壁和滤膜，并将清洗液合并到过滤后水样中。

用量筒量取过滤后水样的体积（水样体积精确到 5 mL），重新转移至样品瓶中，向样品中加入 4μL 回收率指示物，混匀，用铝箔纸密封。

9.2 固相萃取柱的清洗

将 C18 或 HLB 固相萃取柱安装在固相萃取装置上，分别向每个萃取柱中加入 5mL 二氯甲烷，让二氯甲烷自然流出。再用二氯甲烷重复上述清洗过程 1 次，清洗结束后，放掉所有的溶剂。

9.3 固相萃取柱的活化

向每个萃取柱中加入 5mL 甲醇，让甲醇浸泡柱中吸附剂 30s，打开出口阀，让甲醇慢慢流出，在吸附剂上方暴露于空气之前，用甲醇重复上述活化步骤 2 次，接着再用高纯水重复上述活化步骤 2 次。活化结束后，加入 3/4 柱体积的高纯水，关闭出口阀，准备开始上样富集。从萃取柱的活化开始直到样品萃取结束，即萃取柱中要始终保持液面。

9.4 样品的吸附萃取

通过聚四氟乙烯管线将水样（见 9.1）与萃取柱（见 9.3）相连，聚四氟乙烯管线带重物端放入样品瓶底部。打开真空泵，调节水样的流出速度约为 10mL/min。当所有的样品穿过萃取柱后，加入 10ml 高纯水到样品瓶中洗涤内壁，继续抽吸 10min，至柱子干燥后，关闭真空泵。

9.5 萃取柱的洗脱

保持连接管线相连，打开真空歧管装置的顶部，将收集用的试管放在萃取缸中。加 5mL 二氯甲烷到样品瓶中，摇晃样品瓶，清洗瓶子内壁，打开真空泵，让二氯甲烷流过聚四氟乙烯连接管线，并让二氯甲烷浸泡萃取柱中的吸附剂 30s。控制真空度，让洗脱液慢慢滴流至收集管中，接着再用 5mL 二氯甲烷清洗瓶子内壁，收集洗脱液；然后去掉连接管线，用二氯甲烷清洗萃取柱两次，每次 3mL，洗脱液一同进入收集管。

9.6 萃取液脱水

在层析柱底部放置少许玻璃棉，然后填入（5~10）cm 高的无水硫酸钠（5~7）g，分两次各用 10mL 二氯甲烷预淋洗无水硫酸钠干燥柱，弃去这部分溶液。在干燥柱下方放置 K-D 浓缩瓶，

将萃取柱洗脱液（见 9.5）加入干燥柱中，然后用 4mL 的二氯甲烷清洗干燥柱两次，一并收集洗脱液至 K-D 浓缩瓶中。

9.7 浓缩定容

将盛装洗脱液（见 9.6）的 K-D 浓缩瓶放在 30℃ 的水浴锅上，用氮气缓慢吹脱浓缩至 1mL 以下，然后加入 3mL 乙腈，混匀后继续用氮气吹脱到 0.4 mL 左右，最后用乙腈定容到 0.5 mL。将浓缩后的洗脱液转移到带聚四氟乙烯内衬螺旋盖的棕色小瓶中，4℃ 以下保存待测。

9.8 萃取浓缩液的净化

若浓缩后的洗脱液（见 9.7）颜色较深，则应净化处理，具体方法应符合 SL 391 的规定。

10 液相色谱分析

10.1 用微量注射器手工进样或自动进样器进样。

10.2 进样体积：5~100 μ L。

10.3 流速：1.5 mL/min。

10.4 用乙腈/水 (4/6) (V/V) 等梯度洗脱 3min，然后，用 20min 进行线性梯度洗脱，最终流动相为 100% 乙腈。

10.5 柱温：室温。

10.6 紫外检测器紫外波长 254nm。

10.7 荧光检测器各化合物的推荐激发和发射波长见表 2。也可以使用固定波长： $\lambda_{ex}=286nm$ ， $\lambda_{em}=430nm$ [该波长对苯并 (a) 芘的灵敏度较高，但对其余化合物的检测灵敏度有影响]。

表 2 多环芳烃的荧光激发和发射波长

时间 (min)	激发波长 λ_{ex} (nm)	发射波长 λ_{em} (nm)	化合物
0	280	280	萘
7.5	226	314	萘烯, 芘
9.2	260	368	菲, 蒽
11.2	237	440	荧蒽, 花
13.0	277	376	苯并 (a) 蒽, 屈
17.0	266	420	苯并 (b) 荧蒽, 苯并 (k) 荧蒽, 苯并 (a) 花
20.5	280	400	二苯并 (a, b) 蒽, 苯并 (ghi) 花
22.2	260	496	蒽并 (1, 2, 3-cd) 花

10.8 检测萘、萘、萘烯和芘宜使用紫外检测器，其余的 PAHs 宜使用荧光检测器检测。

11 校准与数据处理

11.1 建立标准工作曲线

将各个浓度的标准工作溶液分别进样 5 μ L 于 HPLC 中，用各测定物质的峰面积（峰高）制作各待测组分的标准工作曲线。

11.2 定性分析

图 1 和图 2 分别为荧光检测器和紫外检测器检测多环芳烃的液相色谱图。通过比较它的保留时间和参考谱图中的保留时间，来确定样品中的待测组分。

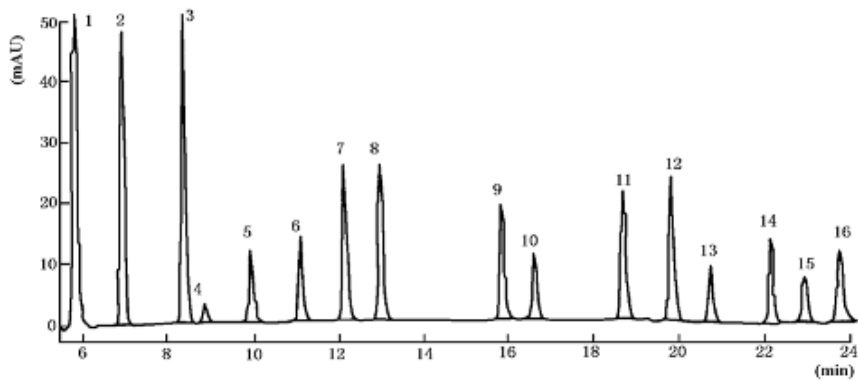


图1 紫外检测器检测多环芳烃化合物 (PAHs) 的HPLC色谱图

1—萘; 2—苊烯; 3—苊; 4—蒽; 5—菲; 6—葱; 7—荧葱; 8—花;
 9—苯并 (a) 葱; 10—蒽; 11—苯并 (b) 荧葱; 12—苯并 (k) 荧葱;
 13—苯并 (a) 花; 14—二苯并 (a, h) 葱; 15—苯并 (ghi) 蒽;
 16—蒽并 (1, 2, 3-cd) 花。

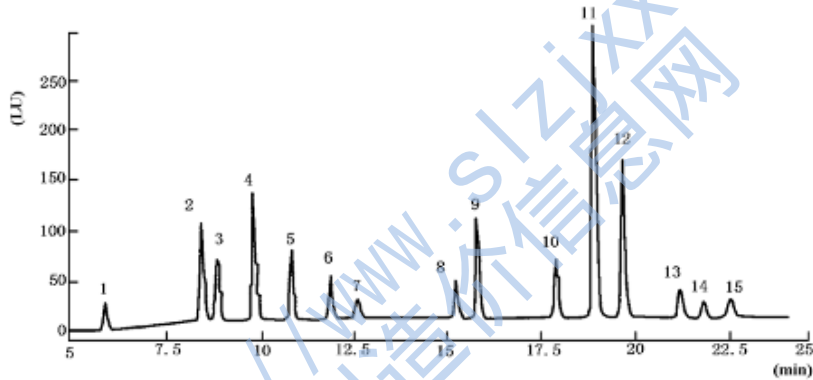


图2 荧光检测器检测多环芳烃化合物 (PAHs) 的HPLC色谱图

1—萘; 2—苊; 3—蒽; 4—菲; 5—葱; 6—荧葱; 7—花; 8—苯并 (a) 葱; 9—蒽;
 10—苯并 (b) 荧葱; 11—苯并 (k) 荧葱; 12—苯并 (a) 花; 13—苯并 (a, h) 葱;
 14—苯并 (ghi) 蒽; 15—蒽并 (1, 2, 3-cd) 花。

11.3 定量分析

一旦化合物被确认后, 采用外标法进行定量分析。

绘制标准曲线工作中各组分浓度 (E_i) 对该组分峰面积或峰高 (A_i) 的标准曲线, 用回归方法得出的标准曲线方程进行定量计算, 得到样品中目标化合物的上机检测浓度 (C_i)。

样品中多环芳烃类化合物的原始浓度 (X_i) 按式 (1) 计算:

$$X_i = C_i \times q / (Q \times 1000) \quad (1)$$

式中:

X_i ——水样中组分 i 的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

C_i ——萃取浓缩液中组分 i 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/L}$);

q ——萃取液浓缩后定容体积, 单位为毫升 (mL);

Q ——萃取用水样体积, 单位为升 (L)。

12 质量控制与质量保证

12.1 质量控制样品

12.1.1 实验室质量控制的要求是首先证明实验室的分析能力, 并在实验室例行检验中进行现场空

白、实验室试剂空白、实验室加标空白、实验室样品基质加标、现场平行样和质量控制样分析，空白分析要采用平行双样测定。

12.1.2 每批样品需要一个现场空白，以确定样品在采样、运输、保存及分析过程中是否受到沾污。要求现场空白分析值低于方法检出限。如果测定结果表明有不可忽略的沾污，应查明污染源并消除，并重新采样。

12.1.3 在处理样品之前，应做试剂空白，确保分析系统和玻璃器皿没有污染，每处理一批样品或更换试剂，都要进行试剂空白分析，如果试剂空白在待测物的保留时间附近出现杂峰，影响了待测物的分析，在分析之前，要找出污染原因并消除。

12.1.4 每批样品分析的中间要做实验室加标空白，用于检查方法是否受控，确保分析的准确性。向高纯水中加入已知量的待测物，按照样品分析步骤进行前处理和测定，待测物回收率应在 **70%~130%**。

12.1.5 每批不同来源样品都应做基质加标实验。计算每一种加标化合物的回收率，按式 (2) 计算：

$$R\% = (A - B) / C \times 100 \quad (2)$$

式中：

A——加标样品检出浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

B——样品背景浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

C——加标浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

回收率结果可能表明分析结果会受到样品基质的影响，样品计算结果对真值的偏离应在 **70%~130%** 范围内，如果回收率不能满足要求，而实验室试剂空白及加标空白实验又表明实验室在控，则说明样品基质对目标化合物回收率有干扰。

12.1.6 每批样品 (不应超过 **20** 个，若超过 **20** 个，则每 **20** 个采一个现场平行样) 采样时应至少采一个现场平行样，用来检查与采样和实验室分析有关的精度。现场平行样 (**FD1**, **FD2**) 分析结果相对偏差 (**RD**) 的计算，按式 (3) 计算：

$$RD = (FD1 - FD2) / (FD1 + FD2) \times 100 \quad (3)$$

相对偏差计算结果应在 **±30%** 范围内。

12.2 标准曲线校核

每天分析样品前，选取标准曲线的中间浓度点，进行标准曲线校核。用于评价仪器的灵敏度和线性，确认标准曲线的适用性，响应因子与平均响应因子的偏差应不大于 **20%**，否则要重新绘制标准曲线。

13 方法的精密度、准确度和检出限

13.1 制备和分析 **5~7** 个加标平行空白，其浓度 **C** 宜在校准曲线的低点范围，加标水平宜是噪音信号的 **3~5** 倍，按标准曲线工作液的操作步骤分析。最低检出限按式 (4) 计算

$$MDL = S_{t(n-1, 1-\alpha=0.99)} \quad (4)$$

式中：

$t_{(n-1, 1-\alpha=0.99)}$ ——自由度为 **n-1**，置信度为 **99%** 时的 **t**-分布的单边临界值 (单边 **t** 值)；

n——重复分析的数目；

S——重复分析的标准偏差。

计算得到的各目标化合物方法检测限应满足式 (5) 所列条件：

$$\frac{1}{10} C < MDL < C \quad (5)$$

式中：

C——加标浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

各目标化合物方法检出限应满足式 (5) 要求, 若不满足, 说明加标浓度不合适, 应重新选择加标浓度, 再进行平行空白实验, 以得到方法检出限。

13.2 制备和分析 5~7 个加标平行空白样品, 其浓度宜在校准曲线的中间范围内。计算每个组分的测定浓度、平均浓度、精密度 (相对标准偏差) 和准确度 (回收率)。

13.3 组织了 4 个实验室开展方法验证工作, 不同浓度下, 方法的精密度、准确度和检出限数据分别见表 4 和表 3。各实验室的方法验证结果很大程度上取决于检测人员素质、环境条件和所使用的色谱系统的特性 (比如说, 柱子的种类, 使用寿命, 检测器条件, 进样器的模式和条件等), 分析者应通过对加标样品进行方法验证, 来证明此方法在本实验室的可行性。

表 3 方法检出限

组 分	检 测 器	加 标 浓 度 ($\mu\text{g/L}$)	方 法 检 出 限 ($\mu\text{g/L}$)
萘	紫外	2.0	0.70
萘烯	紫外	2.0	0.32
萘	紫外	2.0	0.28
芴	紫外	0.05~0.1	0.087
菲	荧光	0.05~0.1	0.062
蒽	荧光	0.05~0.1	0.063
荧蒽	荧光	0.05~0.1	0.009
芘	荧光	0.05~0.1	0.068
苯并 (a) 蒽	荧光	0.05~0.1	0.014
并 芘	荧光	0.05~0.1	0.027
苯并 (b) 荧蒽	荧光	0.05~0.1	0.006
苯并 (k) 荧蒽	荧光	0.05~0.1	0.008
苯并 (a) 芘	荧光	0.05~0.1	0.006
二苯并 (a, h) 蒽	荧光	0.05~0.1	0.015
苯并 (ghi) 并 北	荧光	0.05~0.1	0.014
蒽并 (1, 2, 3-cd) 芘	荧光	0.05~0.1	0.016

注: 上述浓度水平下, PAHs 的回收率为 62.8%~104.9%, RSD% 为 1.3%~27.8%。

表 4 方法精密度和准确度

组 分	检 测 器	加 标 浓 度 ($\mu\text{g/L}$)	准 确 度 (%)	精 密 度 (RSD %)
萘	紫外	10.0	70.6~85.2	6.0~17.4
萘烯	紫外	10.0	72.2~88.0	4.8~16.3
萘	紫外	10.0	78.0~88.5	5.0~11.8
芴	紫外	1.0	75.4~87.4	9.1~18.9
菲	荧光	1.0	77.5~87.0	7.1~12.7
蒽	荧光	1.0	66.8~78.0	8.3~15.2
荧蒽	荧光	1.0	77.3~97.4	8.1~10.9
芘	荧光	1.0	76.8~96.0	8.6~15.4
苯并 (a) 蒽	荧光	1.0	82.7~100.6	10.9~14.2

表 4 (续)

组 分	检测器	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	准确度 (%)	精 密 度 ($RSD\%$)
蒽 [†]	荧光	1.0	79.4~98.4	4.7~14.2
苯并 (b) 荧蒽	荧光	1.0	78.5~98.7	5.8~11.9
苯并 (k) 荧蒽	荧光	1.0	87.2~90.2	11.5~14.5
苯并 (a) 花	荧光	1.0	84.3~106.3	9.8~11.4
二苯并 (a, h) 蒽	荧光	1.0	80.6~94.8	8.7~18.0
苯并 (ghi) 芘 [†]	荧光	1.0	91.8~100.4	5.5~12.2
萘并 (1, 2, 3-cd) 花	荧光	1.0	87.8~105.2	7.3~12.4

14 注意事项

14.1 水溶液中痕量的多环芳烃类化合物可黏附于玻璃表面，应尽量减少样品的转移以及与玻璃表面的接触，并且要对玻璃表面进行充分的冲洗。

14.2 部分多环芳烃类化合物已被证实具有致癌性，且实验中所用的各种试剂均具有毒性或潜在致癌性，试验人员应尽可能减少对这些化合物的暴露，使用适当的防护设备（如通风厨、防护服、抗溶剂手套等），以确保试验人员安全。

14.3 实验室日常防护应符合 SL/Z 390 的规定。