

解决方案 | 高效液相色谱法测定土壤中多环芳烃

前言

多环芳烃是分子中含有两个及以上苯环的碳氢化合物，包括萘、蒽、菲、芘等 150 余种化合物，其中某些化合物毒性较强，具有一定的致癌性，危害人体健康。目前，国内主要采用高效液相色谱法或气质联用法对其进行检测。本文参照 HJ 784-2016《土壤和沉积物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法》标准方法，采用索氏提取法对土壤和沉积物中的多环芳烃进行提取，用旋转蒸发仪浓缩，再用乙腈定容至所需体积；摇匀后直接上机分析。

实验部分

实验原理

土壤和沉积物样品中的多环芳烃用合适的萃取方法（索氏萃取、加压流体萃取等）提取，根据样品基体干扰情况采取合适的净化方法（硅胶层析柱、硅胶或硅酸镁固相萃取柱等）对萃取液进行净化、浓缩、定容，用配备紫外/荧光检测器的高效液相色谱仪分离检测，以保留时间定性，外标法定量。

试剂和设备

LC-5520 型液相色谱仪（紫外检测器）；

索氏提取器；

旋转蒸发仪；

涡旋混合器；

乙腈；

丙酮；

正己烷；

无水硫酸钠；

16 种多环芳烃混标。

仪器条件

色谱柱：C18 柱（250mm×4.6mm,5um）；

柱温：30℃，

流量：1mL/min，

流动相为乙腈和水，梯度洗脱，洗脱溶剂体积分数变化见表 1，检测器波长设置见表 2。

表 1 梯度洗脱表

时间/min	乙腈/%	水/%
0	60	40
8	60	40
18	100	0
28	100	0
28.5	60	40
35	60	40

表 2 目标物对应的紫外检测波长

序号	组分名称	检测器波长
1	萘	220
2	茚烯	230
3	茚	254
4	芴	230
5	菲	254
6	蒽	254
7	荧蒽	230

8	芘	230
9	苯并[a]蒽	290
10	蒽	254
11	苯并[b]荧蒽	254
12	苯并[k]荧蒽	290
13	苯并[a]芘	290
14	二苯并[a,h]蒽	290
15	苯并[ghi]芘	220
16	茚并[1,2,3-cd]芘	254

样品处理

试样的制备

除去样品中的枝棒、叶子、石子等异物，称取样品 10g（精确至 0.01g），加入适量无水硫酸钠脱水，研磨，匀化成约 1mm 的颗粒。

提取和浓缩

将制备好的试样放入纸质套筒中，将装好样品的套筒放入索氏提取器中；加入 100mL 丙酮-正己烷混合溶液，以每小时不小于 4 次的回流速度提取 16h~18h。将提取液转移至旋转蒸发仪烧瓶中，于旋转蒸发仪中浓缩至约 1mL，加入 3mL 乙腈，再浓缩至约 1mL，将溶剂完全转化为乙腈，最后准确定容至 1mL 待测。

实验结果

标准曲线的绘制

取一定量的 16 种多环芳烃标准储备液用乙腈稀释成标准系列溶液，多环芳烃质量浓度分别为 0.1、1、3、5、10 ug/mL，由低浓度到高浓度依次进样，以浓度为横坐标，各组分相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

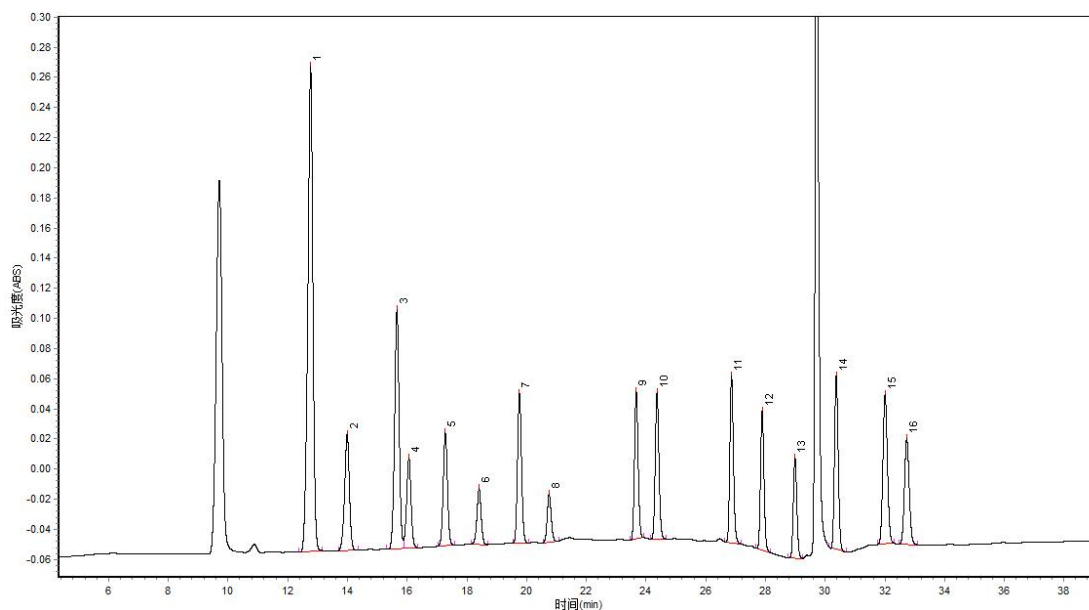


图 1 16 种多环芳烃标样谱图 (3ug/mL)

表 3 16 种多环芳烃标准曲线和相关系数

序号	组分名称	保留时间	线性方程	相关系数
1	萘	12.71	$Y = 543534.54 X + 140742.47$	0.9991
2	苊烯	13.91	$Y = 127423.82 X + 24583.82$	0.9993
3	苊	15.58	$Y = 242678.27 X + 62769.40$	0.9991
4	芴	15.95	$Y = 92428.26 X + 18882.63$	0.9995
5	菲	17.14	$Y = 111013.87 X + 17473.83$	0.9995
6	蒽	18.21	$Y = 56263.46 X + 6324.20$	0.9998
7	荧蒽	19.53	$Y = 139357.65 X + 21588.38$	0.9997
8	芘	20.50	$Y = 44493.41 X + 6510.19$	0.9997
9	苯并[a]蒽	23.30	$Y = 127722.75 X + 13876.08$	0.9998
10	蒽	23.95	$Y = 123702.27 X + 23444.72$	0.9996
11	苯并[b]荧蒽	26.38	$Y = 140080.73 X + 19511.81$	0.9997
12	苯并[k]荧蒽	27.34	$Y = 113734.33 X + 15164.86$	0.9998
13	苯并[a]芘	28.43	$Y = 83284.44 X + 12353.45$	0.9998
14	二苯并[a,h]蒽	29.69	$Y = 173741.25 X - 22668.36$	0.9987
15	苯并[ghi]芘	31.23	$Y = 157348.73 X + 27035.85$	0.9996
16	茚并[1,2,3-cd]芘	31.81	$Y = 118099.51 X + 15517.89$	0.9998

实验中各物质的方法检出限及保留时间见表 4。

表 4 16 种多环芳烃方法检出限

序号	组分名称	保留时间	方法检出限 (ug/kg)
1	萘	12.71	0.0170
2	芴烯	13.91	0.0739
3	芴	15.58	0.0366
4	芴	15.95	0.096
5	菲	17.14	0.0792
6	蒽	18.21	0.1583
7	荧蒽	19.53	0.0611
8	芘	20.50	0.2005
9	苯并[a]蒽	23.30	0.0619
10	蒽	23.95	0.0604
11	苯并[b]荧蒽	26.38	0.0525
12	苯并[k]荧蒽	27.34	0.0641
13	苯并[a]芘	28.43	0.0669
14	二苯并[a,h]蒽	29.69	0.0567
15	苯并[ghi]芘	31.23	0.0569
16	茚并[1,2,3-cd]芘	31.81	0.0826

结论

本文采用国产 LC-5520 高效液相色谱仪参照国标 **HJ 784-2016** 建立了同时检测土壤和沉积物中 16 种多环芳烃的方法，各组分分离度良好，线性相关系数 ≥ 0.999 ，检出限满足标准要求，结果表明，LC-5520 液相色谱仪能够胜任此方面的工作。