

土壤中多环芳烃的检测

多环芳烃 (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, 简称PAHs) 是指含有两个或两个以上苯环连在一起的化合物, 广泛存在于自然界, 迄今已发现有200多种。多环芳烃是持久性有机污染物的一种, 大部分都具有较强的致癌、致畸和致突变性, 而且容易在生物体内富集, 难以生物降解, 严重危害人类健康。土壤中的PAHs虽含量极少, 但分布广泛。PAHs进入土壤后, 由于其低溶解性和憎水性, 比较容易进入生物体内, 并通过生物链进入生态系统, 从而危害人类健康和整个生态系统的安全。因此, 土壤中多环芳烃的检测具有重要实际意义。

2016年5月31日, 国务院正式印发《土壤污染防治行动计划》(简称“土十条”), 其中就包含对多环芳烃的严格监控。目前检测标准中关于多环芳烃的检测方法有多种, 其中液相色谱可以更好地测定低挥发性的多环芳烃, 并能够有效分离多环芳烃的同分异构体, 在分离复杂的PAHs母体化合物及样品净化方面有着相当的优势。

本报告中依据中华人民共和国国家环境保护标准《HJ784-2016 土壤和沉积物多环芳烃的测定 高效液相色谱法》对16种多环芳烃进行分离检测。

样品制备

本实验样品为购买的市售有证标准溶液, 样品制备及处理方法如下: 多环芳烃标准使用液: 移取1.0 mL多环芳烃标准贮备液于10 mL棕色容量瓶, 用乙腈稀释并定容至刻度, 摇匀, 转移至密实瓶中于4°C下冷藏、避光保存。工作溶液: 分别量取适量的多环芳烃标准使用液, 用乙腈稀释, 多环芳烃的质量浓度分别为0.05 μg/mL、0.10 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、5.00 μg/mL。

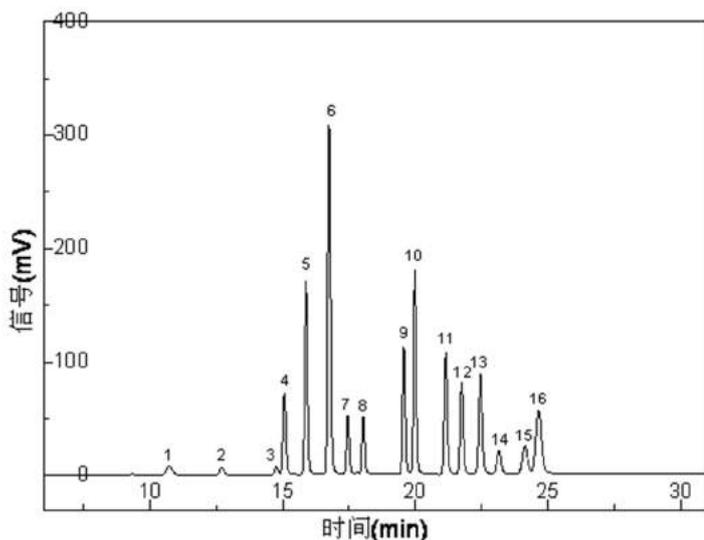
测试条件

仪器	EasySep®-1020液相色谱系统, 配备UV检测器		
色谱柱	BISCHOFF PRONTOSIL Enviro-PAH, 250×4.0mm, 6 μm		
流速	1.0 mL/min	柱温	35°C
流动相	A: 乙腈; B: 水		

表1 梯度洗脱程序 (A: 乙腈 B: 水)

时间	A%	B%
0	48	52
8	48	52
18	100	0
28	100	0
28.5	48	52
35	48	52

测试结果



1-萘; 2-芴烯; 3-芴; 4-芴; 5-菲; 6-蒽; 7-荧蒽;
8-芘; 9-苯并(a)蒽; 10-蒽; 11-苯并(b)荧蒽;
12-苯并(k)荧蒽; 13-苯并(a)芘; 14-二苯并(a,h)蒽;
15-苯并(g,h,i)芘; 16-茚并(1,2,3-c,d)芘

图1 16中多环芳烃检测谱图



序号	保留时间	名称	峰面积	峰高	峰分离度	理论塔板数
1	10.738	萘	134023	8172	5.16	10004
2	12.709	芴烯	87420	7082	7.78	24736
3	14.774	芴	48337	6347	1.43	87819
4	15.067	芴	553463	71125	4.00	87478
5	15.886	菲	1301033	170856	4.32	101555
6	16.753	蒽	2298393	307563	3.65	117267
7	17.459	荧蒽	362904	51133	3.08	141209
8	18.04	芘	354075	50051	8.21	151742
9	19.578	苯并(a)蒽	785303	111944	2.13	181736
10	19.985	蒽	1320355	179275	5.58	171816
11	21.148	苯并(b)荧蒽	885085	106542	2.70	151224
12	21.747	苯并(k)荧蒽	670194	80143	2.96	157814
13	22.458	苯并(a)芘	857560	88585	2.50	125587
14	23.155	二苯并(a,h)蒽	230747	20461	3.02	98371
15	24.129	苯并(g,h,i)芘	299847	23163	1.43	81072
16	24.65	茚并(1,2,3-c,d)芘	778788	53921	0.00	67969
总计			10967527	1336363		

线性关系考察

在0.05 μg/mL—5.00 μg/mL浓度范围内，以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标绘制标准曲线，得到一系列线性回归方程，分别以3倍信噪比和10倍信噪比得方法的检出限和定量限：

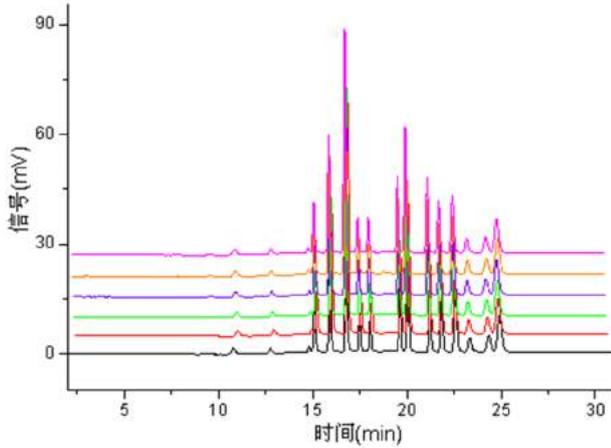
表2 方法检出限和定量限

组份名称	标准曲线	R ²	检出限 μg/mL	定量限 μg/mL
萘	y=26906x-544.3	1	0.02	0.05
芴烯	y=17602x-698.52	0.9999	0.02	0.05
芴	y=9716.9x-274.5	0.9999	0.02	0.05
芴	y=111039x-1863	1	0.005	0.02
菲	y=260890x-3414.5	1	0.005	0.02
蒽	y=458825x+8723.2	0.9998	0.003	0.012
荧蒽	y=72891x+1791.3	1	0.01	0.04
芘	y=70983x-716.11	1	0.01	0.04
苯并(a)蒽	y = 157674x - 3306.8	1	0.005	0.02
蒽	y = 264728x - 3555.2	1	0.005	0.02
苯并(b)荧蒽	y = 177500x - 2477.4	1	0.005	0.02
苯并(k)荧蒽	y = 134428x - 1941.8	1	0.005	0.02
苯并(a)芘	y = 171923x - 2225.5	1	0.005	0.02
二苯并(a,h)蒽	y = 45453x + 3243.2	0.9999	0.01	0.04
苯并(g,h,i)芘	y = 60086x - 489.17	0.9999	0.01	0.04
茚并(1,2,3-c,d)芘	y = 155882x - 394.02	1	0.01	0.04



重复性考察

在 $0.05 \mu\text{g/mL}$ — $5.00 \mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标绘制标准曲线，得到一系列线性回归方程，分别以3倍信噪比和10倍信噪比得方法的检出限和定量限：



精密吸取浓度为 1.0 mg/mL 标准品溶液 $10 \mu\text{L}$ ，进液相色谱测定，重复进样6次，计算得保留时间 $\text{RSD} \leq 0.5\%$ 峰面积 $\text{RSD} \leq 2.0\%$ ，方法的定量重复性良好。

图2 16中多环芳烃的分离重复性色谱图

配置列表

EasySep [®] -1020二元梯度液相色谱仪 (配自动进样器、柱温箱)
UM5800蒸发光散射检测器
Unimicro色谱工作站



地址：上海市浦东新区张江高科技园区松涛路489号C01座
电话：021-38953588, 38953390, 38953570
传真：021-38953636
邮箱：info@unimicrotech.com.cn

声明：

1. 本资料未经允许不得擅自修改、转载、销售；
2. 本资料的所有信息仅供参考，不予任何保证；如有任何变化，恕不另行通知。

北京：010-82176650 南京：025-85533522 西安：029-85373011 广州：15011756765 长春：18604418085