

高效液相色谱法检测土壤中的多环芳烃

(北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司, 北京 100084)

摘要: 使用 SY-9100 液相色谱仪对土壤中的多环芳烃进行检测。本实验通过稀释配制了不同浓度的标液, 进行不同浓度的线性拟合和回收率测试, 符合相关标准的要求。

关键词: 多环芳烃 高效液相色谱

多环芳烃 (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, PAHs) 是一类持久性的有机污染物, 在水、气、土壤及生物体环境中普遍存在, 且具有致癌、致突变的毒性。土壤中的 PAHs 主要通过大气沉降和降雨过程到达地表, 通过地表径流等面源污染方式造成环境污染, 并且在大部分土壤面源污染是不可逆的过程。由于土壤结构和其性质较复杂, 而且土壤中 PAHs 浓度较低且不稳定, 检测难度较大, 是研究土壤中 PAHs 吸附及降解行为的制约因素。

土壤和沉积物样品中的多环芳烃用合适的萃取方法(索氏提取、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。参照标准《土壤和沉积物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法》(HJ 784-2016)。

1 实验材料和方法

1.1 仪器配置

高效液相色谱仪 (SY-9100, 配 UV 检测器)。

1.2 耗材试剂

PAHs 专用柱, 250*4.6mm*5 μ m, 1 根;

标液: 16 种多环芳烃混标。

1.3 测试方法

测试条件

色谱柱: PAHs 专用柱, 5 μ m, 250*4.6mm;

柱温: 30°C; 波长: 220nm; 进样量: 10 μ L

流速 (mL/min)	时间/min	A: 水/%	B: 乙腈/%
1.5	0	40	60

	10	40	60
	20	5	95
	35	5	95
	36	40	60
	45	40	60

2 测试结果

2.1 色谱图

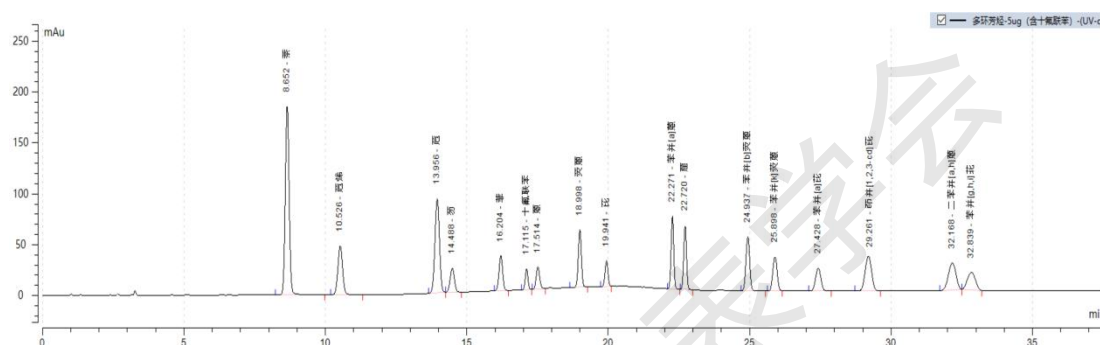


图 1 标准溶液色谱图

表 1 目标化合物的保留时间和名称

序号	组分名称	中文名称	保留时间
1	Naphthalene	萘	8.652
2	Acenaphthylene	苊烯	10.526
3	Acenaphthene	苊	13.956
4	Fluorene	芴	14.488
5	Phenanthrene	菲	16.204
6	Decafluorobiphenyl	十氟联苯	17.115
7	Anthracene	蒽	17.514
8	Fluoranthene	荧蒽	18.998
9	Pyrene	芘	19.941
10	Benz(a)anthracene	苯并[a]蒽	22.271
11	Chrysene	蒽	22.720
12	Benzo(b)fluoranthene	苯并[b]荧蒽	24.937
13	Benzo(k)fluoranthene	苯并[k]荧蒽	25.898

14	Benzo(a)pyrene	苯并[a]芘	27.428
15	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	茚并[1,2,3-cd]芘	29.261
16	Dibenz(a,h)anthracene	二苯并[a,h]蒽	32.168
17	Benzo(g,h,i)Perylene	苯并[g,h,i]茈	32.839

2.2 回收率结果

对空白样品 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度加标, 回收率及 RSD 结果见表 2

表 2 回收率

序号	化合物	回收率 (%)	RSD (%)
1	萘	75.75	1.62
2	蒎烯	78.92	1.43
3	蒎	81.13	0.76
4	芴	95.61	0.56
5	菲	97.36	1.35
6	十氟联苯	93.57	2.63
7	蒽	93.35	2.37
8	荧蒽	100.03	3.32
9	芘	99.35	0.86
10	苯并[a]蒽	102.23	6.79
11	蒎	101.13	5.86
12	苯并[b]荧蒽	102.32	4.98
13	苯并[k]荧蒽	98.73	1.03
14	苯并[a]芘	103.37	3.02
15	茚并[1,2,3-cd]芘	93.58	2.11
16	二苯并[a,h]蒽	101.22	4.97
17	苯并[g,h,i]茈	98.75	3.87

3 结论

本文使用 SY-9100 液相色谱仪对在土壤中多环芳烃进行了测定, 对样品进行了线性和回收率测试, 结果符合标准要求, 满足标准要求的定性定量分析。