高效液相色谱法测定水中苯并芘

LC-437

摘要： 本文利用岛津 i-Series LC-2050 高效液相色谱仪，建立了一种水中苯并芘的测定方法。在 4 - 100 μg/L 浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数达到 0.9999 以上。4 μg/L 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 小于 1%。0.005 μg/L 加标浓度的加标回收率为 70.00% - 77.12%。该方法简单方便，能够有效的监测水中的苯并芘含量。

关键词： i-Series　LC-2050 高效液相色谱仪　苯并芘　水

技术特点：

❖ 使用 C18 柱富集净化去除基质干扰。

❖ 等度洗脱简便耐用，苯并芘在 C18 色谱柱上分离良好。

多环芳烃（PAHs）是一种由二至七个不等的苯环所组成的线状，角状或一团状的化学物质，是广泛分布并稳定存在于自然环境中有毒有机污染物，具有较强诱癌作用。苯并 [a] 芘是 PAHs 中毒性最大的一种强致癌物质，可诱发皮肤、肺和消化道癌症，是环境污染主要监测项目之一。

目前，国内外对于苯并芘的测定方法有很多，包括薄层色谱法、荧光光度法、液相色谱法等。本文参考《HJ 478-2009 水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法》，使用 C18 固相萃取柱富集、净化，建立了一套快速、准确分析水中苯并芘的检测方法，并用于测定水中苯并芘的含量，该方法抗基质干扰能力强，检出限低，重现性好，回收率高，从而为污染控制和环境治理提供依据。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 i-Series LC-2050 高效液相色谱仪（配荧光检测器）。

1.2 分析条件

色　谱　柱：Shim-pack GIST C18 (250 mm x 4.6 mmI.D., 5 μm)，
P/N:227-30017-08，岛津（上海）实验器材有限公司

流　动　相：100% 乙腈

进样体积：10 μL

柱　　温：40℃

洗脱方式：等度洗脱

流　　速：1 mL/min

波　　长：激发波长 290 nm，发射波长 430 nm

1.3 标准品溶液的配制

准确移取 100 μg/mL 的标准储备溶液 100 μL 于 100 mL 的容量瓶中，配制成浓度为 100 μg/L 的标准工作溶液。取适量 100 μg/L 标准工作溶液，配制成浓度分别为 4 μg/L、10 μg/L、40 μg/L、80 μg/L 和 100 μg/L 的系列标准工作溶液。

1.4 样品前处理

样品提取：取 1000 mL 水样加入 5 g 氯化钠和 10 mL 甲醇，混合均匀后作为待净化液，备用。

样品净化：将 C18 小柱依次用 10 mL 二氯甲烷，10 mL 甲醇和 10 mL 水活化平衡弃去淋洗液，之后将待净化液以 5 mL/min 流速通过小柱，弃去流出液，用 10 mL 水清洗，弃去流出液，真空抽滤 10 min，使柱干燥。最后用 5 mL 二氯甲烷洗脱，收集流出液。用 10 mL 二氯甲烷预洗干燥柱，加入洗脱液后，再加 2 mL 二氯甲烷洗柱，收集流出液。于 40℃浓缩至近干，用乙腈定容至 0.5 mL 待测。

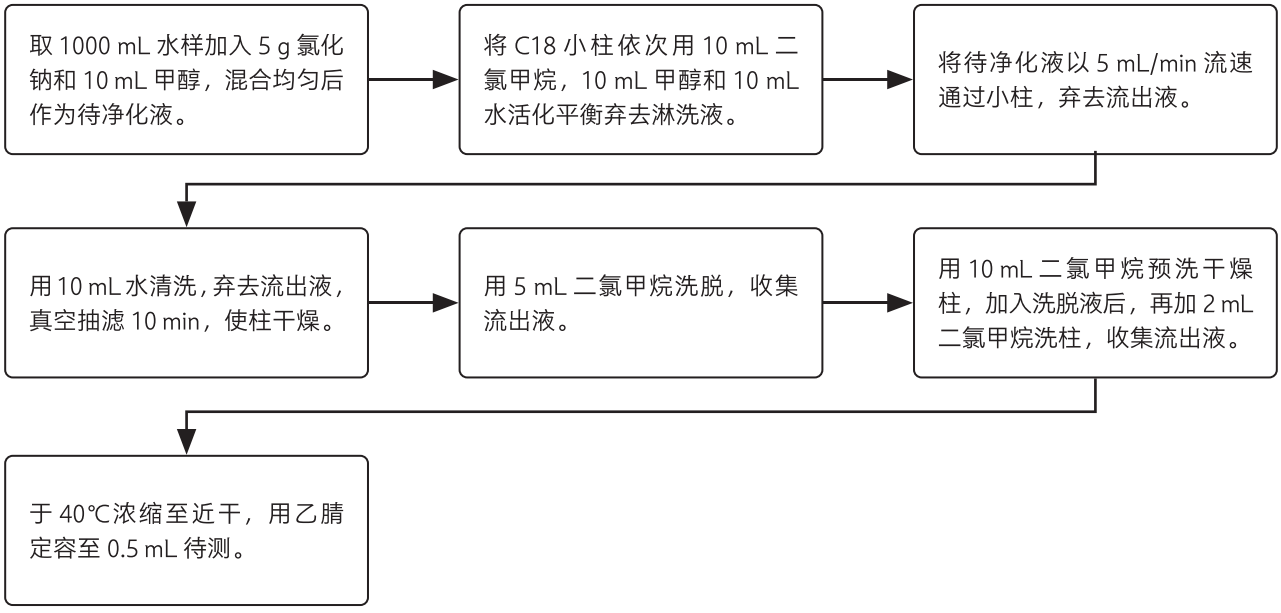

图 1　样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

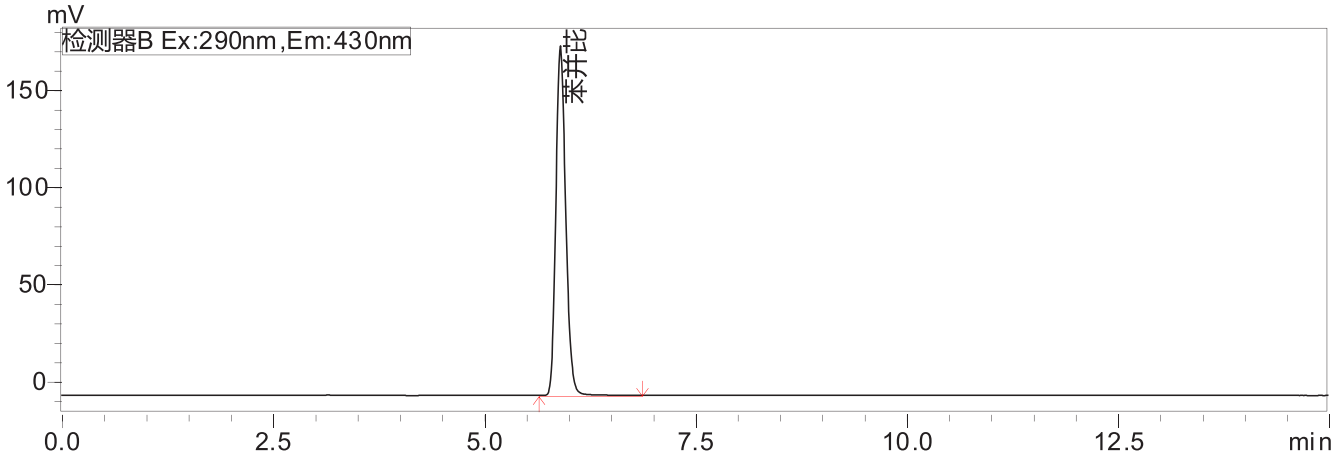

图 2　苯并芘标准溶液色谱图

2.2 灵敏度及校准曲线

将 1.3 中不同浓度的校准品溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立标准曲线，结果如图 3 所示。苯并芘在 4 - 100 μg/L 浓度范围内，具有良好的线性关系，线性相关系数 > 0.9999，具体结果见表 1。

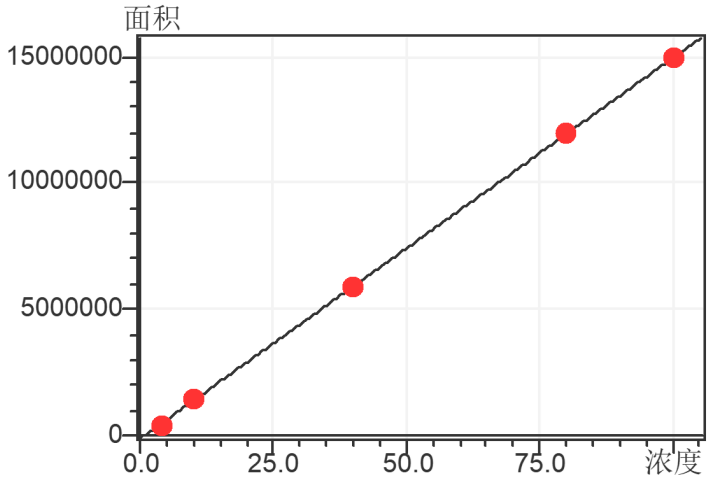

图 3　苯并芘校准曲线

表 1　校准曲线参数（权重 $1/C^2$）

化合物名称	标准曲线	相关系数 r	线性范围 (μg/L)	检出限 (μg/L)	定量 (μg/L)
苯并芘	Y = 150693X -114012	0.9999	4 - 100	0.01	0.02

2.3 精密度

取浓度为 4 μg/L 的苯并芘标准品溶液，连续进样 6 次，考察精密度。保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.17% 和 0.91%，精密度良好，结果见表 2。

表 2　精密度结果（n=6）

苯并芘标准品溶液（4 μg/L）							
名称	1	2	3	4	5	6	RSD（%）
保留时间	5.850	5.847	5.854	5.865	5.869	5.869	0.17
峰面积	425831	424860	425820	423039	433447	423096	0.91

2.4 准确度

将空白样品进行 0.005 μg/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：0.005 μg/L 加标浓度的加标回收率为 70.00% - 77.12%，RSD 为 4.87%，回收率高，重现性好，结果见表 3。

表 3　准确度结果（n=3）

化合物	加标浓度（μg/L）	加标结果（μg/L）	回收率（%）	RSD（%）
苯并芘	0.005	0.00386	77.12	4.87
		0.00350	70.00	
		0.00372	74.44	

结论

本文使用岛津高效液相色谱仪检测水中苯并芘。在 4 - 100 μg/L 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数均在 0.9999 以上，方法检出限为 0.01 μg/L。4 μg/L 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 小于 1%，精密度良好。0.005 μg/L 加标浓度的加标回收率为 70.00% - 77.12%。该方法简单方便，能够有效测定的水中苯并芘的含量。

岛津应用云

岛津企业管理（中国）有限公司 –分析中心
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center

Email: dr_jin@shimadzu.com.cn Tel: 86(21)34193983 http://www.shimadzu.com.cn