

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 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 小于 1%。0.005 $\mu\text{g/L}$ 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 mm I.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

流 速： 1 mL/min

柱 温： 40 $^{\circ}\text{C}$

波 长： 激发波长 430 nm, 发射波长 290 nm

洗脱方式： 等度洗脱

1.3 标准品溶液的配制

准确移取 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液 100 μL 于 100 mL 的容量瓶中，配制成浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作溶液。取适量 100 $\mu\text{g/L}$ 标准工作溶液，配制成浓度分别为 4 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 和 100 $\mu\text{g/L}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 浓缩至近干，用乙腈定容至 0.5 mL 待测。

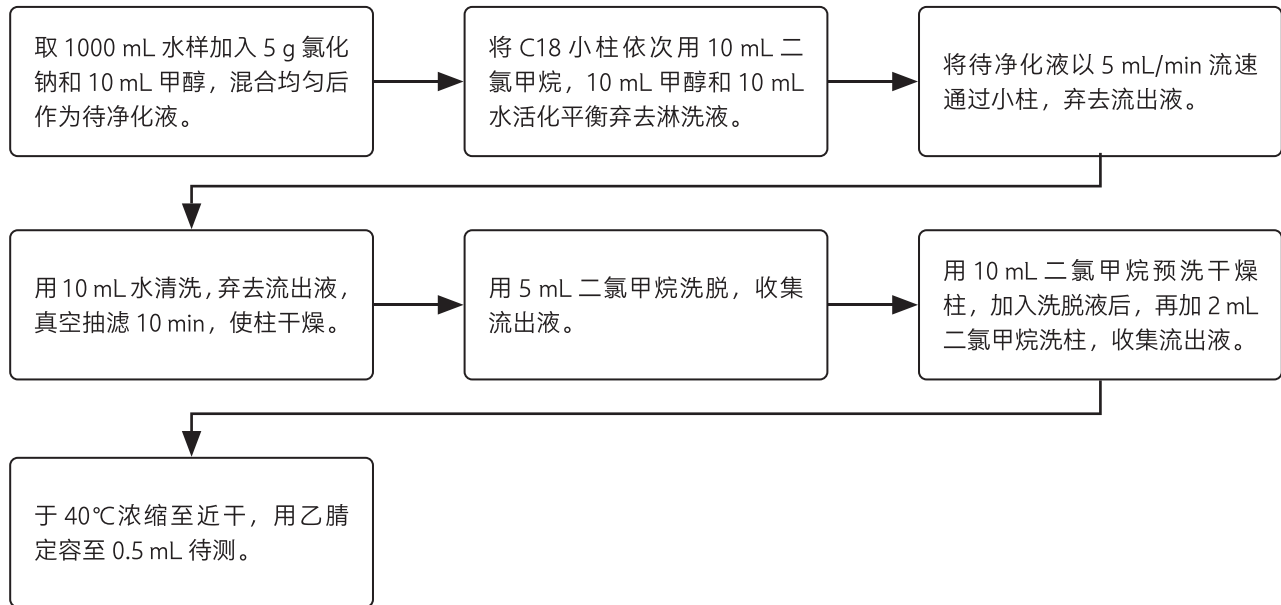


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

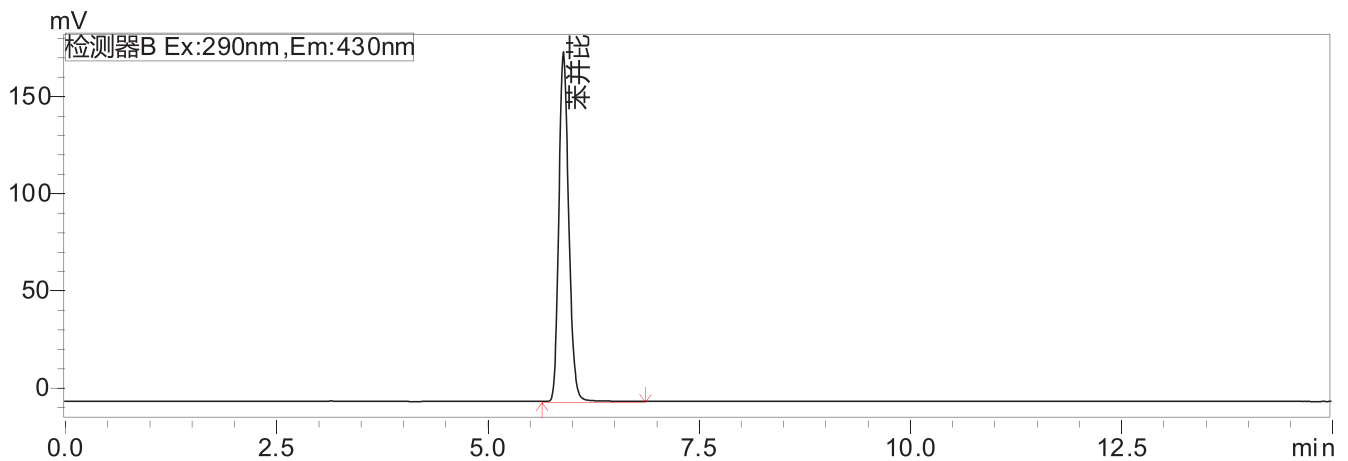


图 2 苯并芘标准溶液色谱图

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 $\mu\text{g/L}$ 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。

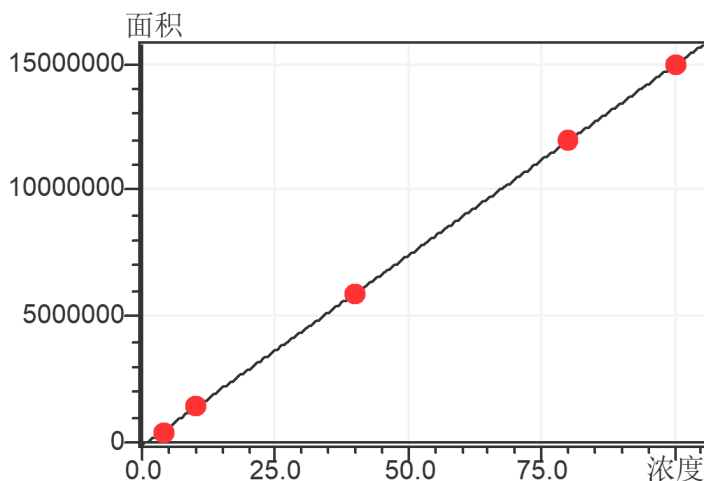


图3 苯并芘校准曲线

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 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量 ($\mu\text{g/L}$)
苯并芘	$Y = 150693X - 114012$	0.9999	4 - 100	0.01	0.02

2.3 精密度

取浓度为 $4 \mu\text{g/L}$ 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 ($4 \mu\text{g/L}$)							
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 $0.005 \mu\text{g/L}$ 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： $0.005 \mu\text{g/L}$ 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 ($\mu\text{g/L}$)	加标结果 ($\mu\text{g/L}$)	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 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$ 。4 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$ 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

