

# 解决方案 水中16种多环芳烃类化合物的测定

## 关键词

全自动固相萃取；液相色谱法；多环芳烃

## 介绍

多环芳烃（PAHs）是指具有两个或两个以上苯环以线性、角性或簇状排列的稠环化合物，其性质介于苯和烯烃之间，是一类广泛存在于环境中的重要化学污染物。多环芳烃按性质可分为两类：2-3个苯环的低分子量的芳烃，如萘、蒽、菲等易挥发的芳烃，对水生生物有一定毒性；4-7个苯环的高分子量芳烃，如芘、荧蒽等高沸点、不易挥发的芳烃，具有致癌、致畸、致突变作用。美国国家环境保护总署（USEPA）优先监控的水中16种多环芳烃，详见图-1。

水中多环芳烃的含量一般较低，对样品的富集净化显得尤其重要。本文参考《HJ478-2009 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》采用全自动固相萃取对水样中16种多环芳烃进行富集、净化，高效液相色谱仪进行检测，实现了水中16种目标物的检测分析。采用加标回收的方式进行方法验证，结果显示在2 μg/L的加标水平下，16种多环芳烃的回收率在70%-110%之间，RSD值小于10%，表明该方法具有操作自动化、快速和高通量分析等优点，适合生活饮用水、地表水、地下水和海水中多环芳烃的测定。

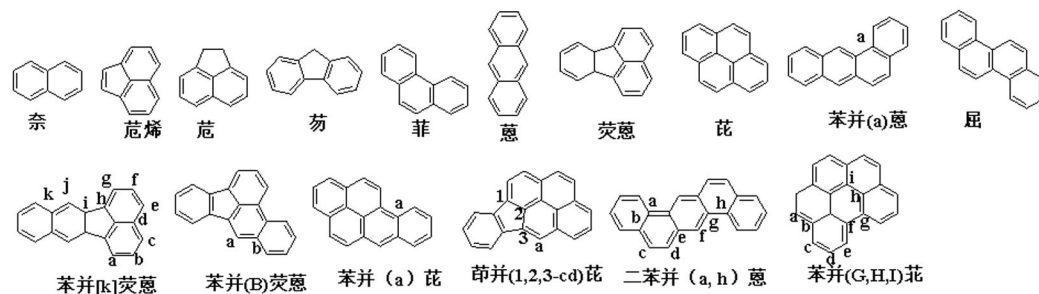


图-1 16种多环芳烃结构式

## 1. 仪器与耗材

### 仪器和耗材

睿科 Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪；  
 睿科 EVA 80 高通量全自动平行浓缩仪；  
 睿科 Auto Prep 200 全自动液体处理工作站；  
 Agilent 1260 HPLC 安捷伦高效液相色谱仪带紫外检测器；  
 C<sub>18</sub>固相萃取柱（RayCure，500mg/6mL，货号：RC-204-16004）；  
 液相色谱柱：Agilent EC-C18（2.7 μm×3.0×50mm）

### 试剂

甲醇（HPLC），二氯甲烷（HPLC），丙酮（HPLC），乙腈（HPLC），超纯水

## 2. 样品前处理

### 标准曲线配制

使用睿科 Auto Prep 200 全自动液体处理工作站实现标准品的全自动化配制，可将购买的混合标液（100mg/L）通过工作站的稀释模式，配制成浓

度为 1mg/L 的工作中间液，通过程序设置，吸取该工作液，配制一条浓度分别为 1.0 μg/L, 5.0 μg/L, 10.0 μg/L, 50 μg/L 和 100 μg/L 的标准工作曲线。



图-2 Auto Prep 200 的液体配标程序

### 固相萃取条件

全自动固相萃取仪	睿科Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪
固相萃取柱	C <sub>18</sub> 固相萃取柱（RayCure，500mg/6mL）
活化	二氯甲烷、甲醇、水
淋洗	水
洗脱	二氯甲烷



睿科 Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪

### 样品富集与净化

取 1000mL 纯水，加入 30mL 丙酮助溶，放入超声振荡 20min（对于加标浓度过大的样品 >50ng/L，最后可通过洗瓶提高回收率）。活化：固相萃取小柱分别用二氯甲烷，甲醇，超纯水各 10 mL 以 5 mL/min 速度活化。上样：以 5 mL/min 速度上样 500

mL 样品。淋洗：用 10mL 水以 10 mL/min 速度淋洗柱子。吹干：调节氮气压力为 25psi，时间为 30 min（可根据不同品牌和型号适当增减），吹干小柱中残留的水分。洗脱：用 10 mL 二氯甲烷以 1mL/min 速度洗脱，收集流出液。具体方法如图-3 所示。

命令	溶剂	排出	流速 (mL/min)	体积 (mL)	时间 (min)
活化	二氯甲烷	有机废液	5	10	3.3
活化	甲醇	有机废液	5	10	2.6
活化	水	废水	5	10	2.6
大体积上样		废水	5	530	132.8
淋洗	水	废水	5	10	2.6
气推		废水	80	20	1.6
吹干					30
清洗注射泵	甲醇		40	3	0.5
清洗注射泵	二氯甲烷		40	5	0.9
洗脱	二氯甲烷	收集	1	5	5.8
暂停					5
洗脱	二氯甲烷	收集	1	5	5.8
气推		收集	1	3	3.5
气推		收集	60	10	1
结束					

图-3 Fotector Plus 水中多环芳烃固相萃取方法

### 浓缩

用睿科 EVA 80 高通量全自动平行浓缩仪在 40° C 的条件下将洗脱液浓缩至约 1mL，然后加入 3mL 乙腈，继续浓缩至约 1mL，加入内标后用乙腈

定容到 1mL，涡旋后过滤膜，转移至进样小瓶上机检测。

## 3. 检测条件

### 液相色谱条件

进样量	10.0 μ L
柱温	35° C
流速	1.2 mL/min
紫外检测器波长	254nm、220nm 和 295nm
洗脱梯度	65%乙腈+35%水保持 25min；以 2.5%乙腈/min 的增量至 100%乙腈，保持至出峰完毕

## 色谱图

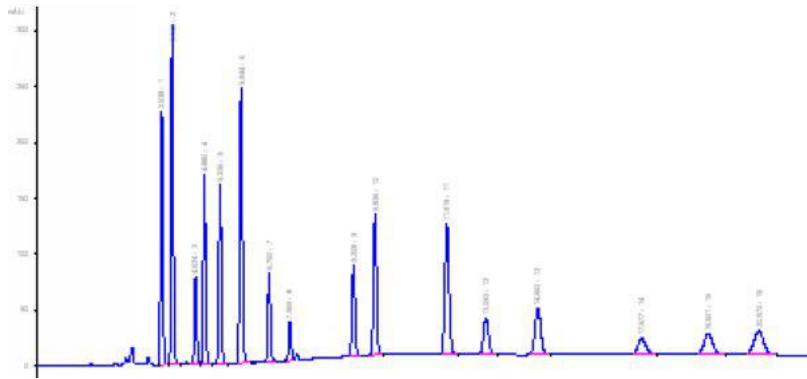


图-4 16种多环芳烃的色谱图 (100 µg/L)

## 4. 方法可行性验证

为了验证该方法的回收率，本实验向纯净水(1000mL)中加入上述 16 种多环芳烃标准品(20 µL, 0.1 mg/L)进行加标回收验证 (n=3)，测试结果

如表-1 所示。16 种多环芳烃的加标回收率为 68.2%~97.0%，相对标准偏差 (n=3) 小于 10%，符合实验要求。

表-1 16种多环芳烃类的加标回收率及 RSD 值(2.0 µg/L)

编号	名称简写	回收率(%)				RSD (%)
		R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Avg.	
1	萘	74.3	68.2	70.3	70.9	4.4
2	苊烯	73.1	71.4	74.6	73.0	2.2
3	苊	68.3	71.7	76.5	72.2	5.7
4	芴	80.6	81.3	77.0	79.6	2.9
5	菲	83.8	79.4	83.0	82.1	2.9
6	蒽	75.6	77.9	81.4	78.3	3.7
7	荧蒽	85.4	97.0	84.6	89.0	7.8
8	芘	87.4	91.8	88.9	89.4	2.5
9	屈	86.4	80.7	78.0	81.7	5.2
10	苯并(a)蒽	94.2	85.3	88.5	89.3	5.0
11	苯并(b)荧蒽	93.4	83.8	85.1	87.4	6.0
12	苯并(k)荧蒽	95.4	83.9	92.6	90.6	6.6
13	苯并(a)芘	91.0	87.8	85.1	88.0	3.4
14	茚并(1,2,3-cd)芘	92.3	83.9	80.7	85.6	7.0
15	二苯并(a,h)蒽	78.0	86.2	78.6	80.9	5.6
16	苯并(g,h,i)花	81.7	82.0	75.4	79.7	4.7

## 5. 结果与讨论

低环化合物较容易挥发，在氮吹浓缩的时候应控制好氮气流量以减少浓缩过程中的损失。

对于高环的 PAHs，由于其水溶性非常差，在进行高浓度加标实验时 ( $c > 50 \mu\text{g/L}$ ) 易在样品瓶壁上吸附。因此在样品分析及回收率实验过程中需加

入甲醇或丙酮进行助溶，上完样后用二氯甲烷清洗样品瓶。进行液相方法检测时，注意定容液需要转换为乙腈。如果发现样品峰丢失或者保留时间提前，问题很可能在于样品定容液中二氯甲烷没有转换干净，此时可以进行多次转容。

## 6. 总结

标准曲线的配制使用睿科 AP 200 全自动液体样品处理工作站，全程无需人员值守，仪器程序化运行可以有效避免人为误差，保证曲线的精密性和准确性。

采用睿科 Fotector Plus 全自动固相萃取仪取得了优异的回收率和 RSD 结果，因为睿科全自动固相

萃取仪采用精密的注射泵来控制活化和洗脱的体积，通过正压上样，活化、洗脱、上样流速稳定可控；同时搭配睿科 Auto EVA 80 高通量全自动平行浓缩仪进行浓缩，二者的样品架可兼容使用，操作连贯简便。



全自动液体样品处理工作站  
标曲配制



全自动固相萃取仪  
净化



全自动平行浓缩仪  
浓缩



睿科集团股份有限公司  
RayKol Group Corp., Ltd.

## 智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: [www.raykol.com](http://www.raykol.com)

电话: 400-885-1816

邮箱: [info@raykol.com](mailto:info@raykol.com)



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2021年8月版