

全自动机械臂固相萃取仪—高效液相色谱法检测土壤中苯并(a)芘残留量

1 前言

多环芳烃(PAHs)是指两个或两个以上的苯环按线性、角状或簇状方式稠合在一起的一类中性或非极性有机化合物,可分为芳香稠环型及芳香非稠环型。PAHs 在环境中含量甚微但分布广泛,一些 PAHs 中除含有致癌和突变的成分外,还含有多种促进致癌的物质,对人体健康产生很大的威胁。采用海能全自动固相萃取仪-高效液相色谱法进行检测土壤中苯并(a)芘农药残留,有效的缩短样品中目标物的固相净化所需要的时间,提高了工作效率,也节约了人力;且能精准的控制上样、淋洗、洗脱等溶剂流速,提高了样品目标物的回收率。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

SPE400 全自动机械臂固相萃取仪; HN200 多功能氮吹仪; 高效液相色谱仪; 索氏提取器; 样品筛(18目); 分析天平; 离心机; 其他常规玻璃仪器; 滤膜(有机相, 0.22 μ m)。



SPE400 全自动机械臂固相萃取仪

2.2 试剂及耗材

实验用水应符合 GB/T6682 中三级用水的规格，使用试剂除特殊说明外，均为色谱纯。

正己烷（色谱纯）；乙腈（色谱纯）；二氯甲烷（色谱纯）；丙酮（色谱纯）。硅胶固相萃取柱：1000mg/6ml。标准溶液：苯并芘 100 μ g/mL，乙腈作为溶剂。

丙酮-正己烷溶液：用丙酮和正己烷按 1:1 的体积比混合。

无水硫酸钠：干燥剂，置于马弗炉中 400 $^{\circ}$ C 烘 4h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

二氯甲烷-正己烷混合溶液：用二氯甲烷和正己烷按 1:1 的体积比混合。

3 实验方法

3.1 取样

取适量样品进行风干，除去样品中枝棒、叶片、石子等异物，研磨，过筛。

3.2 提取

在制备好的滤纸筒中加入 10g 样品和 5g 无水硫酸钠，将滤纸筒放入索氏提取器中。加入 100ml 丙酮-正己烷混合溶液，萃取 16h。

3.3 过滤、脱水及浓缩

将提取液用无水硫酸钠除水。用适量丙酮-正己烷混合溶液洗涤提取容器 3 次，再用适量丙酮-正己烷混合溶液冲洗漏斗，洗液并入浓缩器皿。用 HN200 多功能氮吹仪进行浓缩至 1ml。加入约 3ml 乙腈，再浓缩至 1ml，将溶剂完全转化为乙腈。

3.4 固相萃取柱净化（硅胶柱）

表 1 固相净化条件

过程	溶剂	试剂用量/mL	添加次数	试剂流速	空气助推/mL	推进速度/
活化	二氯甲烷	4		2	2	5
	正己烷	10		2		
润洗单管上样	备用液(样品)	1	3	1	2	5
	正己烷(润洗液)	3		1	3	5
洗脱	二氯甲烷-正己烷混合溶液	10		2	5	5

浓缩、转化溶剂：氮吹浓缩至 1ml，加入约 3ml 乙腈，再浓缩至 1ml 以下，将溶剂完全转换为乙腈，并定容至 1.0ml，滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

3.5 色谱测定条件

色谱柱：C18，粒径 5 μ m，柱长 250mm，内径 4.6mm；

流速：1.0mL/min；

柱温：25 $^{\circ}$ C；

进样体积：10 μ L。

流动相：A 乙腈；B 水，梯度如下表：

表 2 梯度表

时间/min	A%	B%
0.0	60	40
12.0	60	40
25.0	100	0
30.0	60	40

检测波长：苯并(a)芘 激发波长 280nm；发射波长 420nm。

3.6 方法准确度和精密度测定

在石英砂(无苯并芘的土壤代替物)添加苯并芘标准溶液,对石英砂进行 5 μ g/kg,10 μ g/kg,20 μ g/kg,每个浓度 4 个平行样。利用外标一点法计算加标回收率见表 3。

3.7 定性分析和定量分析

以目标化合物的保留时间定性；以外标法定量。

4 实验结果

4.1 结果

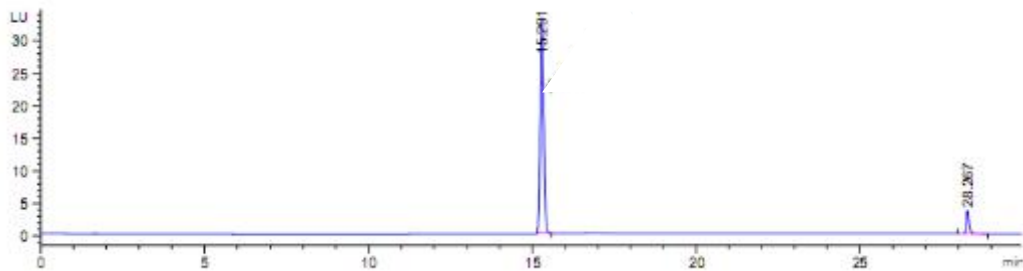


图 1 样品色谱图

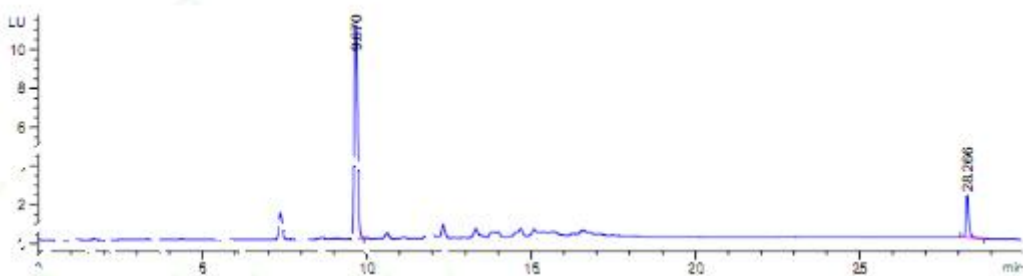


图 2 样品色谱图

表 3 样品回收率和 RSD 数据结果

添加浓度($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)				平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
	0.02	79.68	74.24	76.87	82.21	78.25
0.05	82.03	80.61	87.13	85.67	83.86	3.6
0.1	91.57	92.91	88.05	89.79	90.08	2.3

由图 1 和图 2 可知，样品中未检测出苯并芘。由表 3 可知，采用外标法进行定量得到的回收率和相对标准偏差(RSD)符合《HJ 784-2016 土壤和沉积物 多环芳烃 高效液相色谱法》中的要求。

4.2 结论

1.采用 SPE200 全自动机械臂固相萃取仪可以快速对样品提取液进行净化和富集，可做到无人看守、批量处理，省去实验员繁琐的加液取液等人工操作，方便快捷。

2.采用 SPE200 全自动机械臂固相萃取仪对样品提取液可以精准的控制进样、加液等流速，有利于固相小柱进行萃取分离，从而实现较好的样品检测重复性。

参考文献

[1] 《HJ 784-2016 土壤和沉积物 多环芳烃 高效液相色谱法》[S].