

土壤中 18 种多环芳烃的测定

SGLC-GC/MS-022

摘要：建立了土壤中 18 种多环芳烃的测定方法。采用岛津 WondaSep FL-PR 产品对土壤样品进行净化，同时采用岛津 SH-I-35Sil MS 色谱柱进行分离，岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-TQ8050 检测分析。对空白样品 10.0 µg/kg 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，结果显示，10.0 µg/kg 加标浓度的加标回收率为 77.72%-97.34%，RSD 为 5.75%-12.65%，回收率高，重现性好。该方法适用于土壤中多环芳烃的测定。

关键词：WondaSep FL-PR 多环芳烃 土壤 GCMS-TQ8050

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津 GCMS-TQ8050 气相色谱-质谱联用仪；

色谱柱：SH-I-35Sil MS (30 m* 0.25 mm *0.25 µm； P/N: 227-36051-02)；

固相萃取小柱：WondaSep FL-PR 1g/6 mL (P/N: 5010-81125)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

1.2.1 色谱条件：

毛细管柱：SH-I-35Sil MS 毛细管柱 (30m* 0.25mm *0.25µm)

程序升温：初始温度 50℃保持 2 min，以 10℃/min 升温到 200℃，再以 5℃/min 升温到 290℃，保持 25 min；

进样口温度：300℃

进样量：1µL

进样方式：不分流进样

恒线速度：36.3 cm/sec

高压进样：250kPa (1 min)

1.2.2 质谱条件：

电离模式：电子轰击电离 (EI)；

离子源温度： 230 °C

接口温度： 300 °C

溶剂延迟： 3min

数据采集模式： SIM

检测器电压：调谐电压+0.2kv，33 分钟以后，绝对电压值 1.35kv

18 种多环芳烃化合物信息如下：

No.	化合物名称	定量离子	定性离子
1	萘	128	127, 128, 129
2	蒽烯	152	151, 152, 150
3	蒽	153	152, 153, 154
4	芴	166	165, 166, 164
5	菲	178	176, 178, 179
6	葱	178	176, 178, 179
7	荧葱	202	200, 202, 201
8	芘	202	200, 202, 201
9	苯并[a]葱	228	226, 228, 229
10	蒎	228	226, 228, 229
11	苯并[b]荧葱	252	250, 252, 253
12	苯并[k]荧葱	252	250, 252, 253
13	苯并[j]荧葱	252	250, 252, 253
14	苯并[e]芘	252	250, 252, 253
15	苯并[a]芘	252	126, 252, 250
16	茚并[1,2,3-cd]芘	276	138, 276, 277
17	二苯并[a,h]葱	278	139, 278, 279
18	苯并[g,h,i]芘	276	137, 276, 274

1.3 样品前处理

1.3.1 样品提取

称取 10g 样品（已烘干，研成细粉），加入 5g 无水硫酸钠，搅拌均匀，加入 30 mL 丙酮-正己烷（1:1）提取溶液，振摇 1min，超声提取 15 min，4500rpm 离心 5 min，取出上清液，下层继续加入 30 mL 丙酮-正己烷（1:1）提取溶液，按上述方法重复提取 2 次，合并 3 次上清液，35°C 减压蒸至大约 1mL，加 5 mL 正己烷并浓缩至约 1 mL，重复此浓缩过程 2 次，将溶剂完全转化为正己烷，再浓缩至约 1 mL，

待净化。

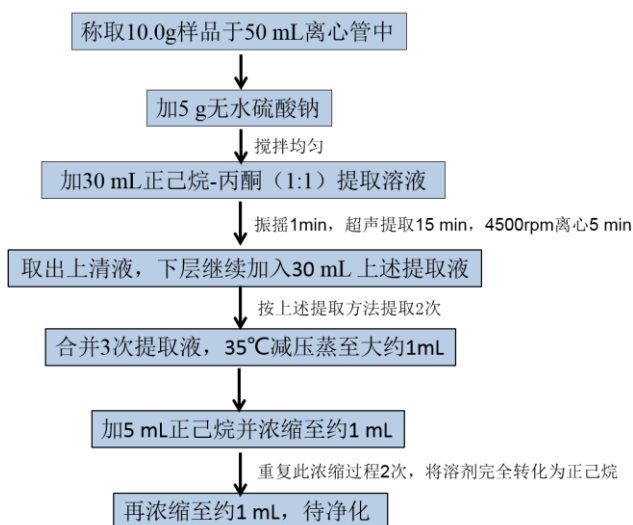


图 1 样品提取流程

1.3.2 样品净化

WondaSep FL-PR 1g/6 mL

先 4 mL 二氯甲烷，再 10 mL 正己烷活化，待柱充满后关闭流速控制阀浸润 5 min，打开控制阀，弃去流出液；待净化液上样，收集流出液；3 mL 正己烷分 3 次洗涤浓缩瓶，洗液全部移入柱内，收集流出液；10 mL 二氯甲烷-正己烷（1：1）洗脱，待洗脱液浸满净化柱后关闭流速控制阀，浸润 5 min，再打开控制阀，收集流出液；将收集的收集液于 35°C 下减压蒸至约 0.5 mL，加入正己烷定容至 1 mL，过 0.22 μ m 有机滤膜，供 GC-MS 分析。

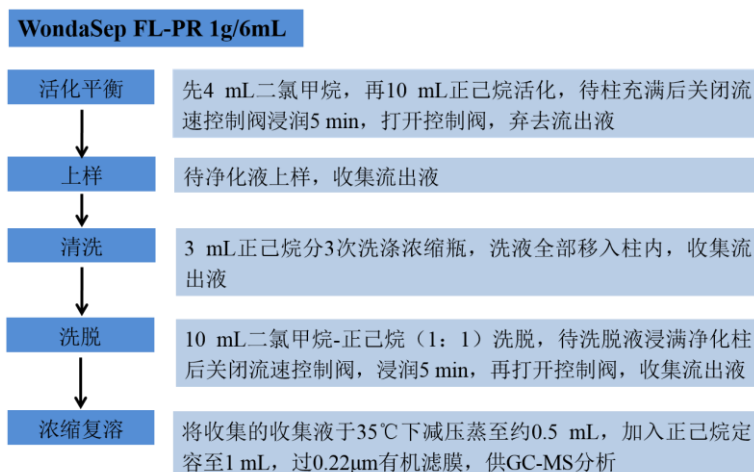
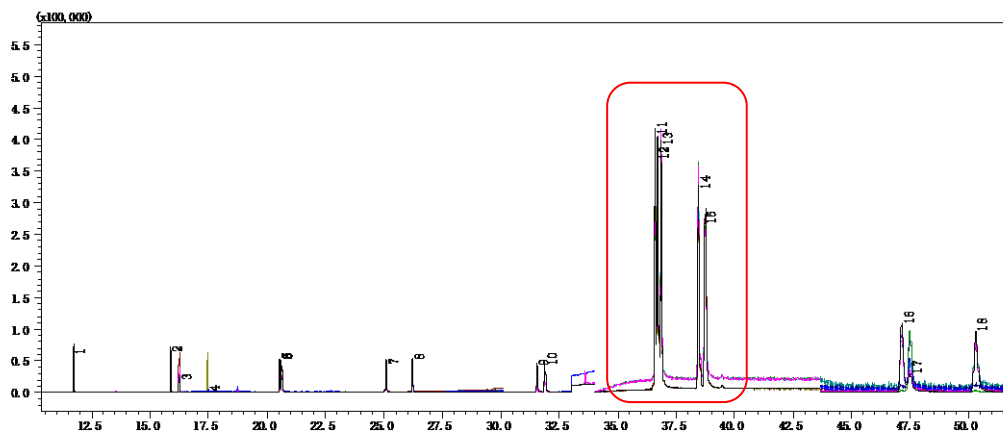


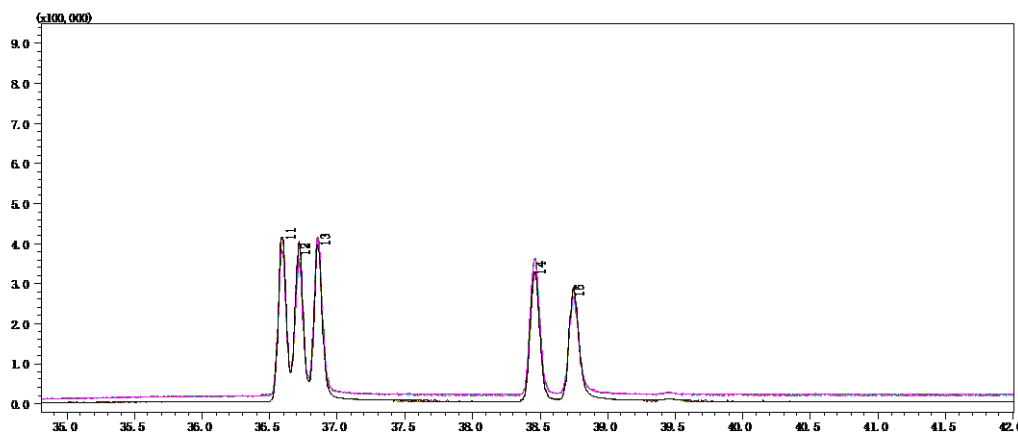
图 2 样品净化流程

2. 结果及讨论

2.1 标准品的 SIM 色谱图



18 种多环芳烃标准品溶液 (0.1 µg/mL) SIM 谱图



18 种多环芳烃标样 SIM 谱图局部放大图 (32.8~42.0min)

2.2 土壤中 18 种多环芳烃的 GC-MS 检测添加回收结果

将土壤空白样品进行 10.0 µg/kg 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: 10.0 µg/kg 加标浓度的加标回收率为 77.72%-97.34%, RSD 为 5.75%-12.65%, 回收率高, 重现性好。

序号	化合物	添加水平 (10.0 µg/kg)	
		回收率 (%)	RSD(%)
1	萘	96.30	12.65
2	苊烯	78.43	8.91
3	苊	86.60	11.46

4	芴	88.98	10.81
5	菲	95.05	10.82
6	蒽	79.65	7.66
7	荧蒽	97.34	7.40
8	芘	94.68	6.75
9	苯并[a]蒽	88.10	7.29
10	蒾	93.91	6.89
11	苯并[b]荧蒽	93.33	6.17
12	苯并[k]荧蒽	84.64	7.44
13	苯并[j]荧蒽	86.39	7.54
14	苯并[e]芘	93.04	5.41
15	苯并[a]芘	89.20	7.14
16	茚并[1,2,3-cd]芘	87.89	7.01
17	二苯并[a,h]蒽	77.72	9.75
18	苯并[g,h,i]芘	90.19	5.75

3. 结论

综上，采用岛津 WondaSep FL-PR 产品对土壤样品进行净化，同时采用岛津 SH-I-35Sil MS 色谱柱进行分离，岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-TQ8050 检测分析。对空白样品 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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，结果显示，10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的加标回收率为 77.72%-97.34%，RSD 为 5.75%-12.65%，回收率高，重现性好。该方法适用于土壤中多环芳烃的测定。