

GCMS 法测定土壤中多环芳烃

摘要: 本文建立了GCMS法测定土壤中多环芳烃有机污染物的方法。土壤样品经过加速溶剂萃取后, 采用固相萃取柱净化并浓缩后进行GCMS检测。16种多环芳烃的方法检出限为0.13~2.2 ug/kg, 平均加标回收率为41.5%~116.9%。

关键词: 土壤 多环芳烃 气相色谱质谱联用仪

多环芳烃(polycyclic aromatic hydrocarbons, PAH)是指两个或两个以上的苯环以稠环和非稠环形式相连接的、具有潜在致畸、致癌、致突变且在环境中较为稳定的污染物。多环芳烃主要来源于城市生活排污、工业废水排放、石油污染和有机质自燃等, 这些多环芳烃会在土壤中积累, 而土壤的污染必然影响到作物的生长, 危害人类的健康。本文建立了 GCMS 法测定土壤中多环芳烃的方法。土壤样品经过加速溶剂萃取后, 采用固相萃取柱净化并浓缩后进行 GCMS 检测。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010

1.2 分析条件

进样口: 250℃

色谱柱: DB-5ms(30m×0.25mm×0.25um)

柱温: 60℃ (1min) 10℃/min 160℃ 8℃/min

恒压: 70 kPa

260℃ 6℃/min 300℃ (8min)

离子源: 230℃

进样方式: 不分流

接口: 280℃

载气: 氦气

1.3 样品前处理

准确称取土壤样品 2.0 g, 加入回收率指示物氘代荧蒽。采用加速溶剂萃取法, 样品中加入 2.0 g 铜粉, 萃取液为正己烷-二氯甲烷 (体积比为 1:1)。经过旋蒸浓缩后用固相萃取柱净化, 并采用 20% 二氯甲烷/正己烷淋洗, 蒸发浓缩并加入内标物氘菲、氘芘和氘屈后进行 GCMS-SI M 检测。

2. 结果讨论

2.1 干扰的消除

对于基质干扰较为严重的样品, 可通过凝胶渗透色谱法 (GPC) 进行净化去除。凝胶色谱柱填料为 Bio-Beads S-X3, 流动相为环己烷:乙酸乙酯 (体积比 1:1), 流速为 4.7 mL/min。多环芳烃的流出时间为 10-25 min。

2.2 方法检出限

多环芳烃的方法检出限(MDL)是通过清洁土壤加标, 6 次平行试验测试得到。

表 1 16 种多环芳烃的方法检出限

No	Compound	MDL ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加标回收率 (%)
1	Naphthalene	2.2	100.6 \pm 42
2	Acenaphthylene	0.16	41.5 \pm 6.6
3	Acenaphthene	0.19	46.2 \pm 5.4
4	Fluorene	0.19	64.8 \pm 3.1
5	Phenanthrene	1.6	118.7 \pm 27
6	Anthracene	0.13	78.0 \pm 9.5
7	Fluoranthene	0.87	92.0 \pm 9.4
8	Pyrene	0.71	88.2 \pm 7.9
9	Benzo[a]anthracene	0.22	110.6 \pm 11
10	Chrysene	0.72	97.8 \pm 7.0
11	Benzo[b]fluoranthene	0.85	105.2 \pm 6.8
12	Benzo[k]fluoranthene	0.14	97.7 \pm 6.9
13	Benzo[a]pyrene	0.19	91.9 \pm 15
14	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0.45	116.9 \pm 11
15	Dibenzo[a,h]anthracene	0.13	103.8 \pm 12
16	Benzo[g,h,i]perylene	0.83	106.7 \pm 6.1

2.3 标准曲线及加标回收

配制 10、50、100、200、500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 5 个浓度点的标样制作标准曲线，采用内标法定量。采用向清洁土壤样品中添加大致 10 倍定量限的多环芳烃标样，进行如前所述的前处理并检测，平均加标回收率为 41.5%~116.9%。

3. 结论

本文采用加速溶剂萃取对土壤样品中的多环芳烃进行提取并经过固相萃取柱净化，建立了 GCMS 法测定土壤中多环芳烃的方法。16 种多环芳烃的方法检出限为 0.13~2.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。