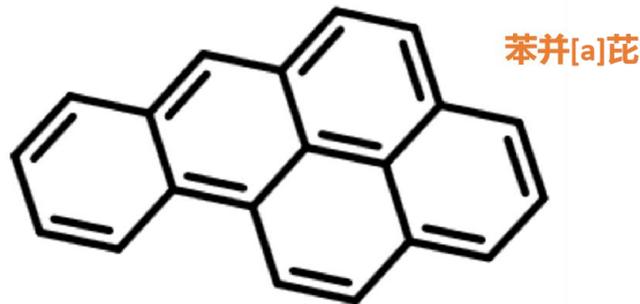


生活饮用水中苯并[a]芘的测定 高效液相色谱法

背景:

苯并[a]芘 (Bap) 又称 3,4-苯并芘 , 是一种常见的高活性具有间接致癌作用的多环芳烃类化合物 , , 主要是煤炭、石油、天然气等物质不完全燃烧的产物 , 在水体、土壤、空气等多种环境介质中广泛存在 , 是目前世界上公认的三大强致癌物之一。



水体中苯并[a]芘的主要来源包括工业“三废”排放、降水和储水槽及管道涂层淋溶等。人体和动物摄入苯并[a]芘后可诱发皮肤、肺和消化道癌症；长期饮用含有苯并[a]芘的水还会造成慢性中毒，损害中枢神经和肝脏功能；同时还会引发致畸、致突变，对人类生存和繁衍构成严重威胁。因此，有关饮用水中苯并[a]芘的污染问题，应该引起我们足够的重视。



我国国标《生活饮用水卫生标准》规定苯并[a]芘的限值为 $0.01\mu\text{g/L}$ ，该标准为强制性国家标准，是开展饮用水安全评价的依据，也是贯穿从源头到龙头全过程监管的控制要求。



新发布的 GB 5749-2022《生活饮用水卫生标准》于 2022 年 3 月 15 日正式发布，并将于 2023 年 4 月 1 日起正式实施，全部代替现行的 GB5749-2006，新标准的实施对提高我国饮用水质量安全监测提出了更高的检测要求，为切实保障居民用水安全保驾护航。

实验部分:

【仪器与试剂】

仪器与设备:

悟空 K2025 高效液相色谱仪 (荧光检测器); KD 浓缩器; 分液漏斗 (1000mL)。

试剂与材料:

苯并[a]芘标准品 (纯度 $\geq 99.0\%$): 层析柱; 活性氧化铝 (100 目~200 目); 活性炭 (20 目~40 目); 玻璃棉; 甲醇(色谱级); 环己烷、苯[重蒸]; 无水硫酸钠、氢氧化钠[分析纯]。

【实验方法】

水样的萃取:

取 500mL 均匀水样置于 1000mL 分液漏斗中, 用 70mL 环己烷分三次萃取 (30mL, 20mL 和 20mL), 每次振摇 5min, 注意放气。放置 15min, 收集环己烷萃取液, 合并三次萃取液于 250mL 具塞锥形瓶中, 加入 5g~10g 无水硫酸钠脱水。

萃取液的净化:

(1) 装氧化铝柱: 将活性氧化铝在不断振动下装入层析柱内, 柱底部装有少许处理过的玻璃棉, 氧化铝的高度为 5cm~7cm, 上面再装 1cm~2cm 高的无水硫酸钠, 用少量环己烷润湿, 不得有气泡。

(2) 柱层析: 将环己烷萃取液注入氧化铝柱上, 锥形瓶中残存的无水硫酸钠用 20mL 环己烷分次洗涤, 洗涤液过柱, 用 10mL 苯淋洗氧化铝柱, 收集苯洗脱液。

样品浓缩:

将苯洗脱液置 KD 浓缩器内, 于 60℃~70℃ 水浴中减压浓缩至 0.1mL, 待测。

色谱条件:

- a) 色谱柱: Kromasil C18 150×4.6mm, 5 μ m
- b) 流动相: 甲醇+水 (9+1)
- c) 柱温: 30℃

- d) 进样量: 10 μ L
- e) 流速: 2.0mL/min
- f) 波长: 激发波长 (303nm), 发射波长 (425nm)

【结果与讨论】:

1. 苯并[a]芘标准品溶液色谱图如图 1 所示。

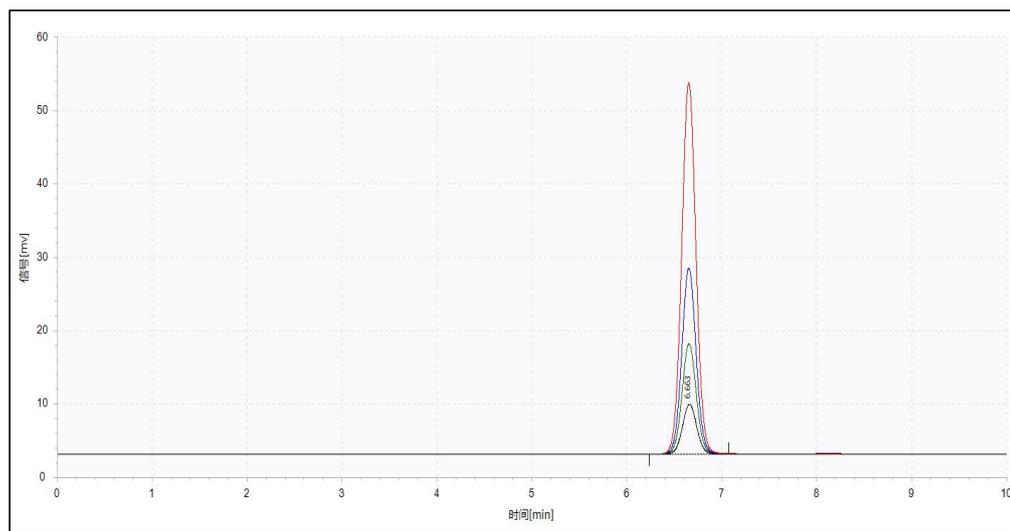


图 1 苯并[a]芘标准溶液色谱图

2. 浓度为 7 ng/mL 苯并[a]芘标准溶液逐级稀释至信噪比 S/N 为 3 左右, 计算仪器的检出限, 数据结果见表 1。经计算仪器针对苯并[a]芘的仪器最低检出限为 0.062ng/mL, 最低定量限为 0.206ng/mL。

表 1 灵敏度测试结果

	浓度(mg/L)	峰高(mAU)	噪声(mAU)	S/N	LOD(ng/mL)	LOQ(ng/mL)
苯并[a]芘	7.000	6.788	0.020	339.400	0.062	0.206

3. 将浓度为 0, 7, 15, 25, 50 ng/mL 苯并[a]芘标准品系列在 HPLC 上进行测定, 绘制校准曲线, 线性方程及相关系数见图 2, 校准曲线的相关系数为 0.9999, 线性关系良好。

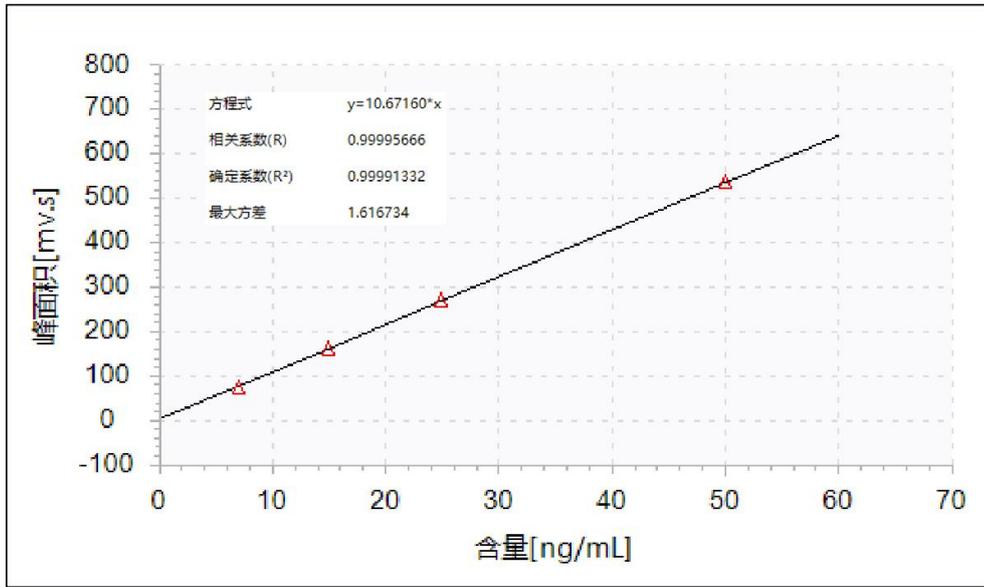


图 2 苯并[a]芘标准溶液校准曲线

4. 对浓度为 25ng/mL 苯并[a]芘标品进行 7 次平行测定, 7 张图谱重叠显示见图 3, 保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.089% 和 0.266%, 重现性良好。

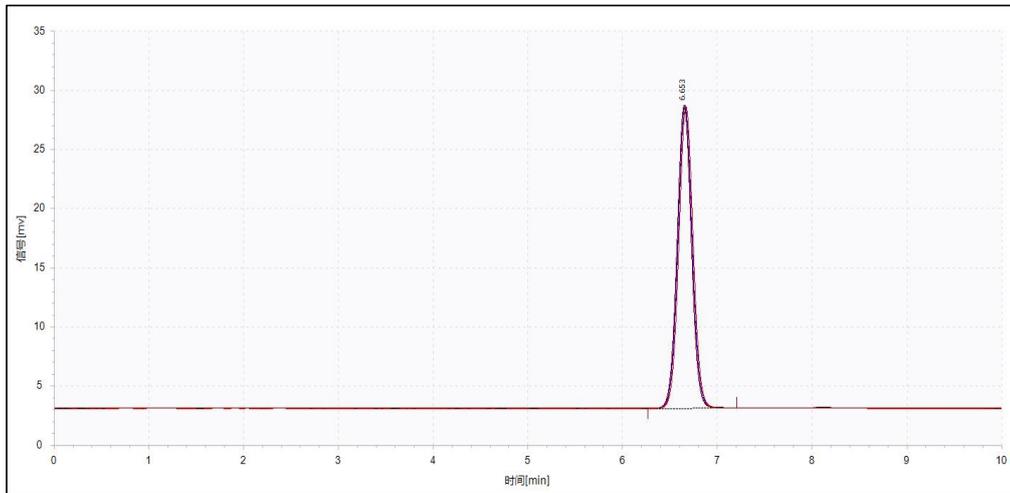


图 3 苯并[a]芘标准溶液重现性测试 (n=7)

【结论】

通过对苯并[a]芘溶液的灵敏度、标准曲线线性、数据重现性进行分析, 使用 K2025 高效液相色谱仪测定饮用水中苯并[a]芘具有良好的线性关系, 确定系数 R^2 值为 0.9999; 最低检出限为 0.062ng/mL, 最低定量限为 0.206ng/mL; 连续进样 7 针, 保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.089% 和 0.266%, 重现性良好。因此, Wooking K2025 高效液

相色谱仪完全可以满足生活饮用水中苯并[a]芘测定的需求。