

在线固相萃取-高效液相色谱法直接测定水中超痕量苯并(a)芘

(1.PromoChrom Technologies Ltd 2.北京绿绵科技有限公司)

苯并(a)芘是一种环境中普遍存在的污染物，有极强的致癌性。由于所要求的检测限极低（通常在 20 ppt 以下），而且 LC-MS 对该化合物的灵敏度又不理想，因此水中苯并(a)芘的分析是一项较为繁琐和费时的的工作。

目前常用的苯并(a)芘分析方法大致为：取水样 500-1000 毫升，用固相萃取或液-液分配将苯并(a)芘富积到有机溶剂中。样品经浓缩定容后用 GC-MS 或 HPLC 检测。该方法处理每个样品的时间为 1-2 小时，操作繁琐，分析结果很容易受到操作人员实验技能的影响。

本文使用 LC-03 在线固相萃取仪串联高效液相色谱仪直接分析水中苯并(a)芘，通过将样品前处理过程和仪器分析相结合，使得每个的分析时间有传统方法的 1 小时缩短为 10 分钟（包括样品前处理和仪器分析），灵敏度可达到 ppq 级。

关键词：苯并(a)芘，水，LC-03,在线固相萃取仪，

1、仪器配置与原理

1.1 仪器配置

高效液相色谱仪：Agilent 1100，配置 G1354A 四元梯度泵及 G1314A 紫外检测器。

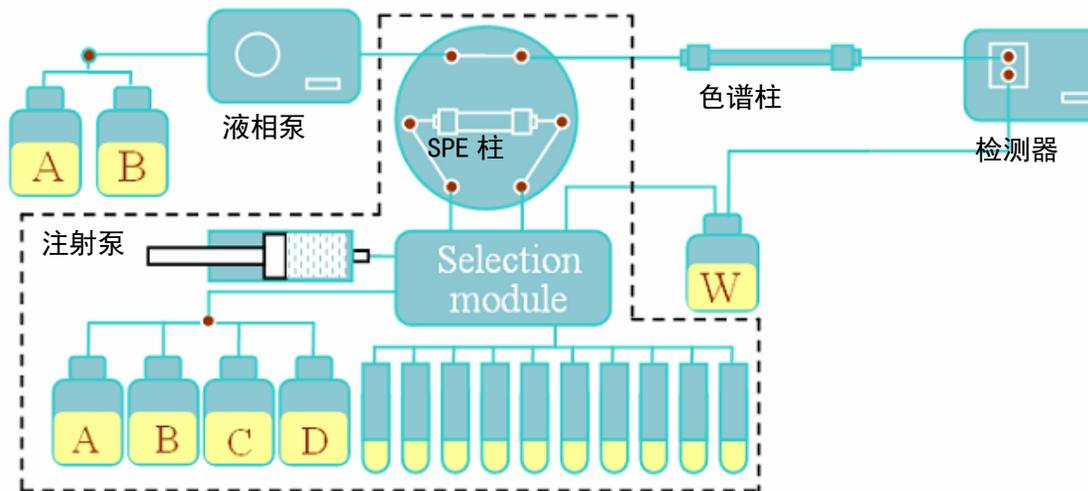
在线固相萃取仪：LC-03 Online SPE，PromoChrom Technologies。

1.2 工作原理

LC-03 在线固相萃取仪通过多通道阀切换和注射泵将溶剂和样品引入萃取柱，洗脱液再通过进样阀将样品转入 HPLC 分析柱。

传统的离线固相萃取方法，洗脱后的样品只有约 1-2% 被注入 HPLC。而采用 LC-03 在线固相萃取方法，样品是全部注入 HPLC，因此在线萃取使用 20 毫升样品就可以达到离线萃取 1000 毫升同样的灵敏度。

工作原理如下图：



LC-03 原理图（虚线框中部分为 LC-03 部件）

在上述配置中，只有液相泵和检测器为 HPLC 模块，其它部件均来自 LC-03。固相萃取柱使用次数可达 50-100 个样品。

2、分析方法

2.1 在线固相萃取

固相萃取柱：Trap N，4.6mmx10mm，PromoChrom Technologies；

注射泵流速：6ml/min；

处理步骤：用 2ml 异丙醇+水(10:90) 淋洗固相萃取柱后，进自来水样 20-40ml，再用 2ml 异丙醇+水(10:90) 洗脱，洗脱液全部进样并触发液相色谱分析。

2.2 HPLC-UV 检测

色谱柱：PromSil C18 柱，250mm×4.6 mm，5μm，PromoChrom Technologies；

流动相：甲醇；

柱温：室温；

流速：1.5 mL/min；

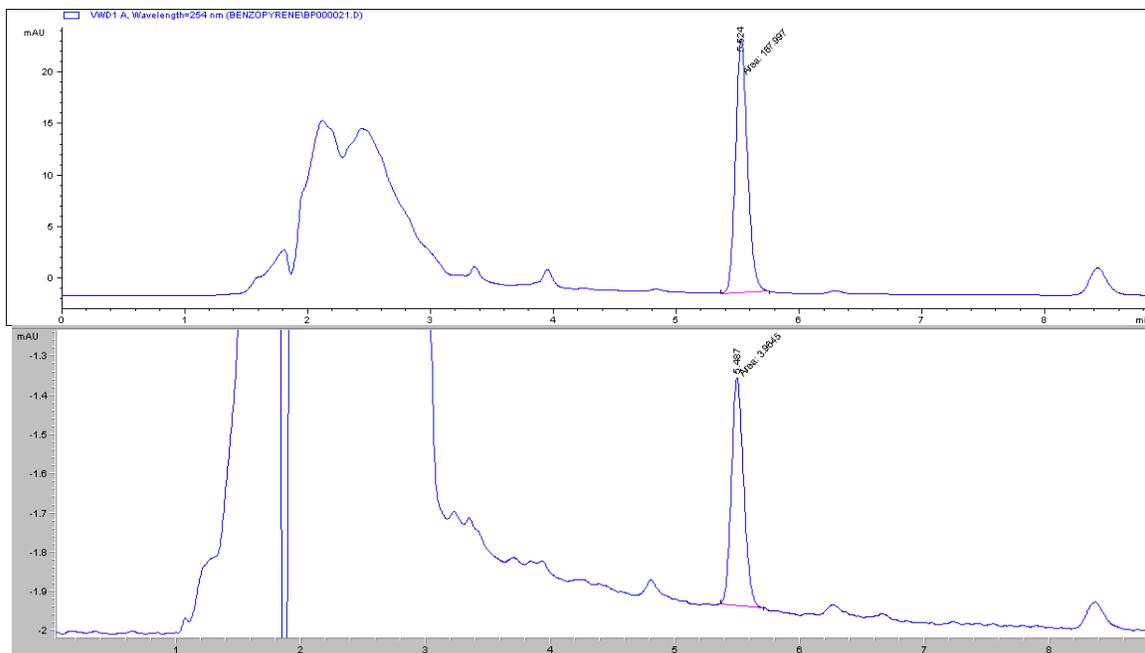
波长：254 nm；

运行时间：9 min，苯并(a)芘 的保留时间为 5.5min。

3、分析结果

3.1 方法灵敏度

含 25 ppt 苯并(a)芘的水样获得的信噪比为 93(S/N=0.58/0.0062)。由此推算, 该方法的定量限大约为 3 ppt。如果使用荧光检测器, 灵敏度可提高 50-100 倍, 低至 ppq 级。另外荧光检测器具有更好的选择性, 有助于减少假阳性结果。



上图: 自来水中添加 2.5 ppb 苯并(a)芘, 进样 20ml

下图: 自来水中添加 25 ppt 苯并(a)芘, 进样 40ml

3.2 方法重复性

浓度为 2.5 ppb 的水样连续分析 3 次, 每次进样 20ml, 所得结果如下:

重复	峰面积(s.mAU)
1	166.6
2	169.5
3	168.2
平均	168.1
CV%	0.86

在此浓度水平, 常用分析方法的误差通常在 5% 以上。由于本方法将所有样品前处理由仪器自动进行, 减少了人为误差, 从而获得了极好的重复性。

4、结果与讨论

本方法用 LC-03 在线固相萃取仪结合 HPLC-UV 法对自来水中超痕量的苯并(a)芘进行萃取富集，获得了良好的重复性结果。

本方法中水样萃取后全部进入色谱柱，因此只需要几十毫升的水样即可达到传统固相萃取方法 1000 毫升的检测限，样品分析时间也有 1 小时以上缩短为十几分钟，大大提高了分析效率。