

## 萃取环境样本中多环芳烃(PAHs)

相关行业:环境、化工

PAHs作为广泛的环境污染物得到分析化学的持续兴趣。



图 1: Multiwave 5000

### 1 简介

PAHs因其持久性、疏水性、生物积累和致癌性质而引起严重的健康问题。因此,需要开发一种提取方法,这种分析方法得具有足够的准确性和重复性,同时确保最小的测量不确定性。

### 2 仪器

萃取在多波反应系统Multiwave 3000 SOLV上进行的,它是目前型号Multiwave5000的前身。使用16SOLV MF100转子和有机安全模块SOLV,该方法也适用于Multiwave5000。

采用气相色谱-质谱法(Hewlett-Packard, HP6890, HP5973)对所研究的15种多环芳烃进行了测定。校准是通过内部标准化和同位素标记的化合物来完成的。

### 3 实验

#### 3.1 样品

- 标准沉积物 S10A<sup>1,2</sup>
- BCR 088 –污水污泥
- 工业土壤-自然污染<sup>2,3</sup>
- 称样量: 150 – 500 mg

#### 3.2 萃取溶剂

萃取溶剂1 (S10A and BCR088)	萃取溶剂2 (受污染的土壤)
20 mL 环己烷-丙酮6:4(v/v) (用于残留分析,促进剂)	25 mL 正己烷-丙酮7:3(v/v) (默克)

表 1: 萃取溶剂

	Temp. [°C]	Ramp [mm:ss]	Hold [mm:ss]	Fan
1	120	---	25:00	1
2	55	---	11:00	3

表 2: 萃取溶剂1的温度程序

	Temp. [°C]	Ramp [mm:ss]	Hold [mm:ss]	Fan
1	120	02:00	20:00	1
2	55	---	11:00	3

表 3: 萃取溶剂2的温度程序

### 3.3 测量

执行对应萃取溶剂的萃取程序,得到了有色萃取物。通过离心分离萃取物。采用柱色谱层析法对样品进行了适当的筛选,通过旋转蒸发器对样品进行了浓缩,用500ul环己烷复溶浓缩物。为了做方法比较,对标准沉积物S10A和工业土壤进行索氏提取后进行测量。

## 4 结果

化合物	标准值	微波萃取测量值	索氏提取测量值
Acenaphthylene		6.9 ± 2.3	7.1 ± 0.3
Acenaphthene		10.8 ± 1.3	12.6 ± 0.5
9H-Fluorene		23.7 ± 4.6	20.7 ± 1.5
Phenanthrene		247.8 ± 21.6	216.0 ± 6.7
Anthracene		25.7 ± 7.9	32.2 ± 1.3
Fluoranthene		287.3 ± 53.4	285.3 ± 5.0
Pyrene	230.0 ± 70.0	245.3 ± 36.2	248.3 ± 1.6
Benzo[a]-anthracene	210.0 ± 100.0	162.5 ± 18.7	154.4 ± 6.2
Chrysene		198.2 ± 12.2	253.1 ± 4.4
Benzo[b]fluoranthrene	220.0 ± 70.0	186.8 ± 37.3	166.6 ± 3.9
Benzo[k]fluoranthrene	110.0 ± 50.0	178.1 ± 16.8	158.8 ± 1.3
Benzo[a]pyrene	130.0 ± 30.0	164.1 ± 13.6	178.2 ± 3.0
Indeno[1.2.3cd]-pyrene	160.0 ± 60.0	145.5 ± 20.8	149.5 ± 4.1
Dibenzoanthracene		66.5 ± 1.4	76.0 ± 1.8
Benzo[ghi]-perylene		212.0 ± 9.9	135.5 ± 1.3

表4: 标准沉积物 S10A (n = 3, 单位 ng g<sup>-1</sup>)

化合物	标准值	微波萃取测量值
Pyrene	2.16 ± 36.2	2.05 ± 0.12
Benzo[a]-anthracene	0.95 ± 0.09	1.16 ± 0.08
Benzo[b]fluoranthrene	0.91 ± 0.09	0.88 ± 0.06
Benzo[k]fluoranthrene	1.17 ± 0.08	1.34 ± 0.22
Benzo[a]pyrene	0.57 ± 0.05	0.55 ± 0.06
Indeno[1.2.3cd]-pyrene	0.81 ± 0.06	1.06 ± 0.09

表 5: BCR 088 (n = 3, 单位 μg g<sup>-1</sup>)

化合物	微波萃取测量值	索氏提取测量值
Acenaphthylene	47.5 ± 22.1	69.2 ± 3.1
Acenaphthene	19.7 ± 6.3	49.7 ± 3.0
9H-Fluorene	33.3 ± 8.9	53.6 ± 2.2
Phenanthrene	1435.5 ± 78.4	1195.9 ± 104.6
Anthracene	263.5 ± 40.8	244.2 ± 10.0
Fluoranthene	3149.0 ± 356.8	3021.3 ± 200.2
Pyrene	2829.0 ± 313.2	2628.6 ± 160.9
Benzo[a]-anthracene	1546.3 ± 144.1	1411.9 ± 142.8
Chrysene	1657.8 ± 367.7	2300.3 ± 116.5
Benzo[b]fluoranthrene	1722.8 ± 321.1	1722.3 ± 212.2
Benzo[k]fluoranthrene	1288.1 ± 137.2	1283.6 ± 185.0
Benzo[a]pyrene	1071.7 ± 87.0	814.7 ± 342.3
Indeno[1.2.3cd]-pyrene	1041.8 ± 134.7	1134.7 ± 290.0
Dibenzoanthracene	459.2 ± 31.8	365.8 ± 67.3
Benzo[ghi]-perylene	1123.7 ± 97.9	1136.6 ± 138.7

表 6: 工业土壤 (n = 8, 单位 ng g<sup>-1</sup>)

## 5 结论

从结果可以看到,微萃取的测试数据与标准值和传统索氏萃取的测试值基本一致,测试按DIN 38414-214进行。

快速有效的微波辅助萃取与灵敏的GC-MS结合能够得到可靠的数据,同时操作简单且耗时短。该方法适用于在沉积物前期快速筛选

相比需要24h操作的索氏提取，微波萃取的主要优点是可以在40分钟内同时萃取多个样品,包括冷却时间。由于微波萃取取样量更少，所以相比于索氏提取微波萃取的标准偏差更高。

## 6 参考文献

Marion Gfrerer, Ernst Lankmayr  
Institute for Analytical Chemistry, Micro- and  
Radiochemistry, Graz University of Technology

<sup>[1]</sup> P. de Voogt, J. Hirschberger, E.A. Maier, B. Griepink, H. Muntau, J. Jacob, *Fresenius J. Anal. Chem.*, **1996**, 356, 41-48

<sup>[2]</sup> M. Gfrerer, M. Serschen, T. Wenzl, B.M. Gawlik, E. Lankmayr, *Chromatogr.*, **2002**, 55, 467-473

<sup>[3]</sup> M. Gfrerer, M. Serschen, E. Lankmayr, *J. Biochem. Biophys. Methods*, **2002**, 53, 203-216

<sup>[4]</sup> DIN 38414-21, German Standard Method for Water, Wastewater and Sludge Analysis (Group S), Part 21: Determination of 6 polycyclic aromatic carbohydrates, 1996-2



**Contact Anton Paar GmbH**

Tel: +43 316 257-0

asc@anton-paar.com | www.anton-paar.com