

根据EPA 610分析水中的多环芳烃 通过ChroZen HPLC/FLD

• HPLC 应用



描述

多环芳烃（PAHs）是含有两个或多个芳香环的有机化合物。多环芳烃在生态毒理学方面以诱变剂和致癌物而闻名。包括苯并（e）芘在内的17种PAHs被美国环境保护局（EPA）列为优先污染物，33种PAHs（31种PAHs和2种烷基化PAHs）被世界卫生组织控制。

多环芳烃暴露于人类的自然来源，如火山爆发、原油或森林火灾，以及人工燃烧来源，如工业过程、化石燃料、车辆等。低分子量多环芳烃可以被生物降解，但大多数多环芳烃通常是稳定且不溶的化合物，具有高熔点和沸点。

在这项研究中，根据EPA 810，通过ChroZen HPLC对地表水中的多环芳烃进行了分析。由于需要检测几个ppb水平的多环芳烃，因此使用了FLD（荧光检测器）以获得更高的灵敏度。

仪器和软件

Item	Description	Part No.
Pump	ChroZen HPLC Quaternary Gradient Pump with Vacuum degasser	9421011020
Autosampler	ChroZen HPLC Autosampler	5421011020
Column Oven	ChroZen HPLC Column oven for Analytical scale	3421011020
Detector	ChroZen HPLC FLD Detector	2236721020
Column	ZORBAX Eclipse PAH (4.6*250mm, 5μm)	-
Install. Kit	HPLC Performance Kit	1601011890
CDS	YL-Clarity software for single instrument of YCM HPLC	5301011000
	Autosampler control of YL-Clarity	5301011040



图1. ChroZen HPLC/FLD

试剂和标准品

· 超纯水，18.2MΩ12685;cm电阻率

乙腈 (CH₃CN) , HPLC级

PAH标准

	Compound	Formula	Molecular Weight	Cas no.
1	Naphthalene	C ₁₀ H ₈	128.17	91-20-3
2	Acenaphthylene	C ₁₂ H ₈	152.19	208-96-8
3	Acenaphthene	C ₁₂ H ₁₀	154.21	83-32-9
4	Fluorene	C ₁₃ H ₁₀	166.22	86-73-7
5	Phenanthrene	C ₁₄ H ₁₀	178.23	85-01-8
6	Anthracene	C ₁₄ H ₁₀	178.23	120-12-7
7	Fluoranthene	C ₁₆ H ₁₀	202.25	206-44-0
8	Pyrene	C ₁₆ H ₁₀	202.25	129-00-0
9	Benzo(a)anthracene	C ₁₈ H ₁₂	228.29	56-55-3
10	Chrysene	C ₁₈ H ₁₂	228.29	196-78-1
11	Benzo(b)fluoranthene	C ₂₀ H ₁₂	252.31	205-99-2
12	Benzo(k)fluoranthene	C ₂₀ H ₁₂	252.31	207-08-9
13	Benzo(a)pyrene	C ₂₀ H ₁₂	252.31	63041-90-7
14	Dibenzo(a, h)anthracene	C ₂₂ H ₁₄	278.35	53-70-3
15	Benzo(g, h, i)perylene	C ₂₂ H ₁₂	276.33	191-24-2
16	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene	C ₂₂ H ₁₂	276.33	193-39-5

水样制备



Table 1. 水的准备

对于水样制备, 按照[表1]中所示的步骤, 样品的体积因样品基质而异。向水样中加入DCM, 等待液/液萃取形成层。与硫酸钠混合后, DCM将在浓缩步骤中损失。重复该步骤3次后, 将收集60ml DCM, 并用氮气蒸发。硅胶柱纯化是必要的, 纯化的样品需要浓缩至1ml。收集的样品放入LC小瓶中进行分析。

HPLC 条件

ChroZen HPLC System				
Column	Agilent ZORBAX Eclipse PAH (4.6*250mm, 5μm)			
Mobile phase	A : Water, B : ACN			
Flow rate	2.0 mL/min			
Gradient Program				
	Time (min)	A (%)	B (%)	
	Initial	60	40	
	0.7	60	40	
	20.0	0	100	
	25.0	0	100	
	26.0	60	40	
	32.0	60	40	
Temperature	35°C			
Injection volume	5 μL			
FLD Time Program				
	Time (min)	Ex (nm)	Em (nm)	PMT voltage
	0.0	269	327	Medium
	8.0	250	328	-
	10.1	250	363	-
	11.0	250	405	-
	11.9	250	460	-
	12.7	270	400	-
	16.4	270	415	-
	20.6	293	485	-
	24.0	269	327	-

Table 2. HPLC 条件

结果

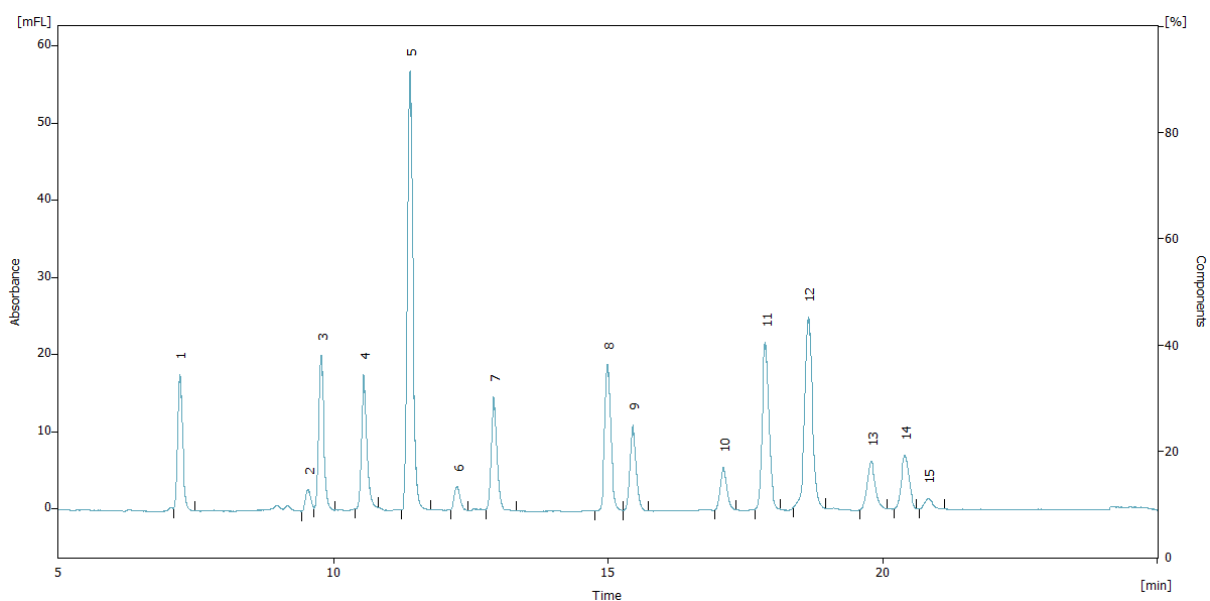


图 2. 多环芳烃色谱图

Peak No.	Compound	Peak No.	Compound	Peak No.	Compound
1	Naphthalene	6	Fluoranthene	11	Benzo(k)fluoranthene
2	Acenaphthene	7	Pyrene	12	Benzo(a)pyrene
3	Fluorene	8	Benzo(a)anthracene	13	Dibenzo(a, h)anthracene
4	Phenanthrene	9	Chrysene	14	Benzo(g, h, i)perylene
5	Anthracene	10	Benzo(b)fluoranthene	15	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene

准备EPA方法610的多环芳烃标准混合物，用乙腈稀释，使校准曲线的6个浓度点在0.1 ppb至50 ppb之间（某些化合物为100 ppb）。LOD（检测限）的计算方法参考标准方法（1992）

	Compound	Reten. Time (min)	LOD (pg)	Linearity	
				R ²	Range (ppb)
1	Naphthalene	7.2	1.15	0.999927	1 - 100
2	Acenaphthene	9.5	1.43	0.9996367	0.1 - 50
3	Fluorene	9.8	3.15	0.9999799	0.1 - 50
4	Phenanthrene	10.6	3.29	0.9999793	0.1 - 50
5	Anthracene	11.4	1.73	0.9997735	0.1 - 100
6	Fluoranthene	12.3	1.75	0.9999812	0.1 - 50
7	Pyrene	12.9	0.68	0.999992	0.1 - 50
8	Benzo(a)anthracene	15.0	1.40	0.9999953	0.1 - 50
9	Chrysene	15.5	1.42	0.9999957	0.1 - 50
10	Benzo(b)fluoranthene	17.1	0.63	0.9999007	0.1 - 50
11	Benzo(k)fluoranthene	17.9	1.55	0.9999942	0.1 - 50
12	Benzo(a)pyrene	18.7	1.07	0.9999836	0.1 - 50
13	Dibenzo(a, h)anthracene	19.8	0.74	0.9999444	0.1 - 50
14	Benzo(g, h, i)perylene	20.4	1.35	0.9998969	0.1 - 50
15	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene	20.8	0.58	0.999983	0.1 - 50

表3. 多环芳烃检出限 (n=7) 和线性系数

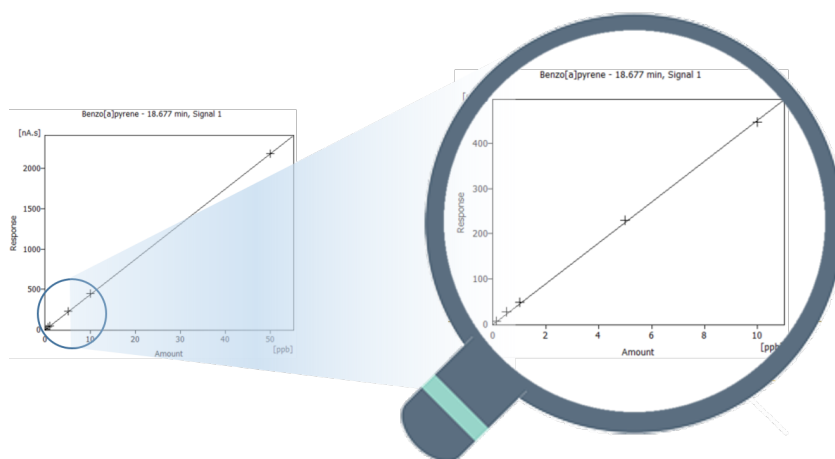


图3. 校准曲线（苯并[a]芘）的验证

[图3]显示，苯并[a]芘的系数值在非常低的浓度范围内（0.1至10 ppb）超过0.9999。

	Compound	RSD (%), (N=10)	
		Area	Reten. Time
1	Naphthalene	0.85	0.04
2	Acenaphthene	0.75	0.06
3	Fluorene	0.38	0.06
4	Phenanthrene	0.33	0.05
5	Anthracene	0.26	0.04
6	Fluoranthene	0.85	0.04
7	Pyrene	0.70	0.04
8	Benzo(a)anthracene	0.28	0.03
9	Chrysene	0.39	0.02
10	Benzo(b)fluoranthene	0.36	0.03
11	Benzo(k)fluoranthene	0.26	0.02
12	Benzo(a)pyrene	0.35	0.02
13	Dibenzo(a, h)anthracene	0.60	0.02
14	Benzo(g, h, i)perylene	0.91	0.02
15	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene	0.77	0.02

Table 4. 峰面积和保留时间的再现性RSD

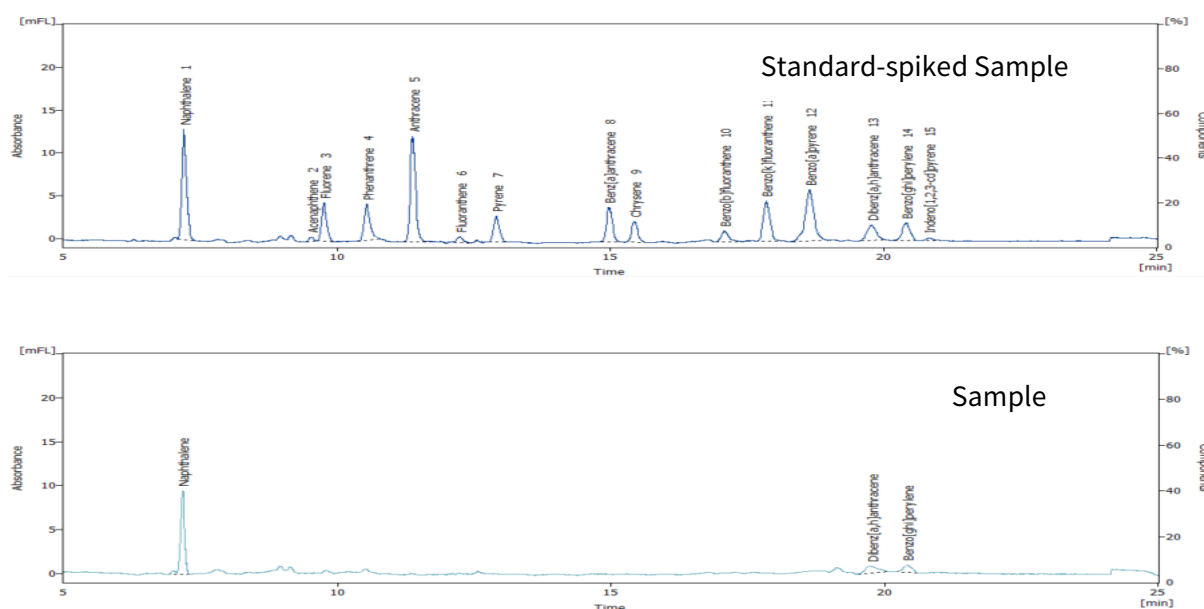


图4. 样品色谱图 (STD 1 ppb加标)

从地表水中采集水样，并从掺有1ppb多环芳烃标准的样品中评估回收结果。回收率在90~110%之间。[图4][表5]

Table 5. 样品回收率

	Analyte	Recovery (%)		Analyte	Recovery (%)
1	Naphthalene	91	9	Chrysene	97
2	Acenaphthene	94	10	Benzo(b)fluoranthene	93
3	Fluorene	103	11	Benzo(k)fluoranthene	92
4	Phenanthrene	105	12	Benzo(a)pyrene	95
5	Anthracene	101	13	Dibenzo(a, h)anthracene	91
6	Fluoranthene	109	14	Benzo(g, h, i)perylene	91
7	Pyrene	101	15	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene	90
8	Benzo(a)anthracene	99			

结论

在本申请说明中，使用符合EPA 610的FLD（荧光检测器）通过ChroZen HPLC对水样中的15种多环芳烃进行了分析。为了验证多环芳烃化合物的低检测限，使用了FLD以获得更高的灵敏度。它确保该方法针对15种荧光分析物的测定进行了优化，但不包括乙酰萘等无紫外吸收化合物。

Reference

- EPA Method 610, Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Municipal and Industrial Wastewater (1982)
- Standard Method, For the Examination of Water and Wastewater (1992)



60, Anyangcheondong-ro, Dongan-gu,
Anyang-si, Gyeonggi-do, 14042, Korea
TEL: +82-31-428-8700
FAX: +82-31-428-8787
E-mail: export@youngincm.com
Homepage: www.youngincm.com