

高效液相色谱-荧光/紫外串联测定 海洋沉积物中 16 种多环芳烃

杨 帆^{1,2} 翟毓秀² 任丹丹¹ 郭萌萌² 吴海燕² 谭志军^{2*}

(¹ 大连海洋大学, 116023)

(² 农业部水产品质量安全检测与评价重点实验室 国家水产品质量监督检验中心
中国水产科学研究院黄海水产研究所, 青岛 266071)

摘 要 采用高效液相色谱-荧光和紫外检测联用技术, 建立了海洋沉积物中 16 种多环芳烃 (PAHs) 的同时测定方法。样品用异丙醇提取, HLB 固相萃取柱净化, Waters PAHs C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱分离, 乙腈-水溶液梯度洗脱, 荧光-紫外检测器串联检测。本方法中, 16 种 PAHs 在各自相应浓度范围内线性良好, 相关系数均大于 0.999。添加水平为 5 μg/kg 和 10 μg/kg 时, 回收率在 72.6%~117% 之间 ($n=6$), RSD% 均小于 10%, 检出限 ($S/N=3$) 为 0.2~4.9 μg/kg。利用该方法对采自大连和烟台沿岸的沉积物样品进行了分析, 发现均含有一定的 PAHs 组分。该方法方便、快捷、灵敏度高, 为海洋沉积物中 PAHs 的污染分析及风险评估提供了良好的方法基础。

关键词 高效液相色谱 荧光-紫外检测器联用 海洋沉积物 PAHs

中图分类号 P734.5 **文献标识码** A **文章编号** 1000-7075(2013)05-0104-08

Determination of sixteen polycyclic aromatic hydrocarbons in marine sediments by high performance liquid chromatography with fluorescence and ultraviolet detection

YANG Fan^{1,2} ZHAI Yu-xiu² REN Dan-dan¹
GUO Meng-meng² WU Hai-yan² TAN Zhi-jun^{2*}

(¹ Dalian Ocean University, 116023)

(² Key Laboratory of Testing and Evaluation for Aquatic Product Safety and Quality, Ministry of Agriculture,
National Center for Quality Supervision and Test of Aquatic Products,
Yellow Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Qingdao 266071)

ABSTRACT An analytical method based on liquid phase of fluorescence detector combined with UV detector has been developed for the simultaneous determination of sixteen polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in marine sediments. After being extracted with isopropanol, the extract was distilled with HLB column, then performed on HPLC with a Waters PAH C₁₈

国家自然科学基金项目(41106109)和中央级基本科研业务费项目(20603022012019;20603022011004)共同资助

* 通讯作者。E-mail: tanzj@ysfri.ac.cn, Tel: (0532)85836348

收稿日期: 2012-10-30; 接受日期: 2013-01-21

作者简介: 杨帆(1986-), 女, 硕士研究生, 主要从事食品安全与营养研究。E-mail: yangfanshane@126.com, Tel: (0532)85836348

column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), separated by gradient elution using a mixture of acetonitrile and water as mobile phase. The calibration curves were linear with correlation coefficient over 0.999. The average recoveries from spiked marine sediments at the 5 μg/kg and 10 μg/kg concentrations ranged from 72.6%~117% (n=6) with relative standard deviations less than 10%, and limits of detection (LOD) were 0.2~4.9 μg/kg. Some PAHs were found in six marine sediment samples collected from Dalian and Yantai areas. This method was validated to be accurate and sensitive for the analysis and risk assessment of PAHs in marine sediments.

KEY WORDS HPLC Fluorescence-UV Marine sediments PAHs

近年来,石油泄漏已成为海洋环境灾害的主要诱因之一(苏纪兰等 2010)。作为石油的主要组分,多环芳烃(Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, PAHs)属于典型的持久性有机污染物,在环境中具有较长的半衰期,最终归宿为水体和表层沉积物。另外,由于PAHs的高脂溶性特性导致其极易在水生生物中富集,加上所具有“三致”毒性(致癌、致畸和致突变)和内分泌干扰作用,对生态和食品安全已经存在潜在的风险,成为世界范围内关注的热点问题之一(苏纪兰等 2010)。

目前,世界多个国家或地区已将PAHs类物质列入优先控制有机污染物名单,并加以重点控制(郝蓉等 2005;李春玉等 2008)。其中,沉积物作为PAHs在环境中的最终归宿,具有导致二次污染的可能性,成为监控的主要目标之一,从而催生了相关检测技术的研究。现有文献报道中,沉积物中PAHs检测方法主要有高效液相色谱法(钱薇等 2007; Vergnoux *et al.* 2011)和气相色谱-质谱联用法(郭丽等 2007; Alderman *et al.* 2007)等。但这些方法均存在操作繁琐、耗时较长、试剂消耗过大等缺陷和不足,无法满足监控工作的简便、快捷、高效的需求。因此,本研究在前人工作基础上,利用超声波快速提取,HLB小柱净化,Waters PAHs C₁₈专用色谱柱分离,液相色谱荧光和紫外检测器联用的分析技术,不仅获得了良好的提取效率和净化效果,也提高了方法的灵敏度,建立了方便、简单、高效的海洋沉积物中PAHs的测定方法。利用所建立的方法,随机分析了采自于大连和烟台海域的沉积物样品,检测结果表明该方法适于海洋沉积物中PAHs的检测。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

Waters 2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司),配 2996 二极管阵列紫外检测器和 2475 多波长荧光检测器;Waters PAH Column 5 μm 4.6 mm×250 mm 色谱柱;XW-80A 型旋涡混合器(上海医大仪器厂);Hi-mac CR 22 G II 型高速离心机(日本 Hitachi 公司);N-EVAPTM112 型氮气吹扫仪(美国 Organomation 公司);Milli-Q 型超纯水仪(美国 Millipore 公司);LABOROTA-4000 旋转蒸发仪(德国 Heidolph 公司);真空冷冻干燥机 CoolSafe(丹麦 Scanlaf 公司)。

16 种 PAHs Mix 标准溶液,萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并(a)蒽、蒽、苯并(b)荧蒽、苯并(a)芘、茚并(1,2,3-cd)芘、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]芘,浓度各 200 μg/ml (美国 Accustandard 公司);乙腈(HPLC 级,Merck 公司);异丙醇;甲醇(HPLC 级,Merck 公司);二氯甲烷;弗罗里硅土(60~100 目,上海安谱科学仪器有限公司);HLB 小柱(6 ml, 500 mg, Waters 公司);超纯水(18.2 MΩ·cm, Milli-Q element A10, Millipore)。

实验用空白样品于 2011 年 10 月 13 日取自于北黄海远离陆地海域的表层沉积物,实际分析样品 2011 年 8 月和 9 月分别取自于大连和烟台海域的近岸表层沉积物,均为泥质基质,置于棕色磨口玻璃瓶中,4℃避光保存。

1.2 样品处理

1.2.1 提取

沉积物样品经真空冷冻干燥后,挑出石块和杂质,用研钵磨细备用。称取制备好的样品 10 g 于具塞玻璃管中,加 20 ml 异丙醇,涡旋混匀,30℃水浴超声提取 30 min,上清液倒入 50 ml 离心管中,再加 10 ml 异丙醇重复提取一次,收集上清液于离心管中,合并两次提取液。4 000 r/min 离心 10 min,上清液移入鸡心瓶中,30℃旋转蒸发浓缩至 1 ml,加 1 ml 乙腈待净化。

1.2.2 净化

HLB(6 ml,500 mg)小柱依次用 10 ml 二氯甲烷、10 ml 甲醇和 10 ml 乙腈活化后,上样并同时收集流出液,然后用 5 ml 乙腈:异丙醇(1:1)和 5 ml 二氯甲烷洗脱,收集全部洗脱液于玻璃试管中,35℃氮吹至 0.2 ml 左右,移入 1ml 定容管中,用乙腈定容至 1 ml,过 0.2 μm 滤膜后,供高效液相色谱分析。

1.3 高效液相色谱条件

液相色谱条件:Waters PAH 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);柱温 30℃;流速 1.2 ml/min;进样量 20 μl;流动相:A 为超纯水,B 为乙腈;梯度洗脱:0~15.0 min,60%~100% B;15.1~25.0 min,100% B;25.1~27.0 min,100% B~60% B;27.1~30.0 min,60% B。

紫外检测器:检测波长 229 nm,与荧光检测器串联使用;

荧光检测器:采用程序定时控制荧光检测波长变化,具体参数见表 1。

表 1 PAHs 的荧光检测波长程序

Table 1 Fluorescence wavelength program for PAHs detection

时间 Time (min)	激发波长 λ _{Ex} (nm)	发射波长 λ _{Em} (nm)
0	275	325
8.8	252	370
10.2	250	390
12.1	280	460
13.6	320	380
15.5	270	390
18.2	290	410
22.6	305	480

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的优化

2.1.1 流动相配比的优化

为了获得良好的分离效果,分别选择了乙腈-水和甲醇-水两种流动相体系,以混合标准溶液为试样,调整流动相的配比,对 PAHs 的峰型和保留时间进行优化,结果发现,以乙腈-水为流动相时,PAHs 分离效果较好,但采用等度洗脱时,高分子量的 PAHs 保留时间长且峰形较差,因此本实验采用梯度洗脱,多次试验后最终确定了最佳梯度洗脱程序,见 1.3 部分。

2.1.2 检测波长的优化

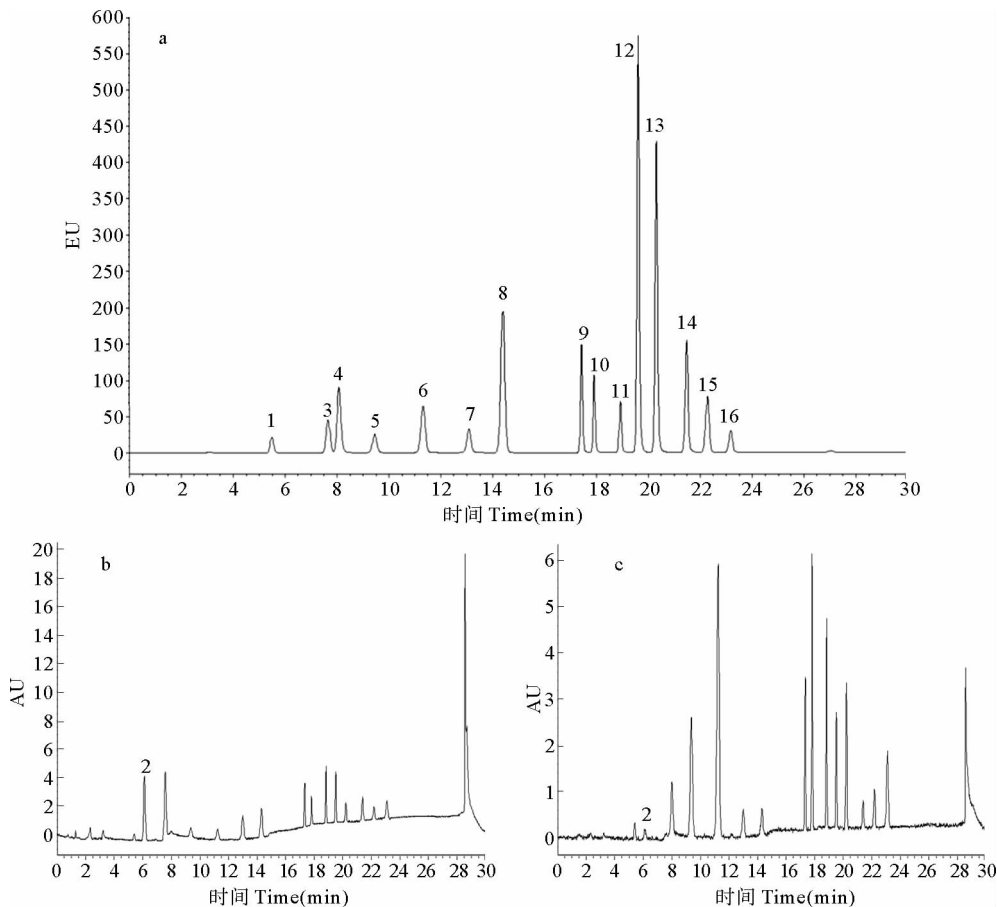
分别比较了紫外和荧光方法对 16 种 PAHs 组分的测定效果,发现除萘烯因荧光强度较弱而必须采用紫外检测器分析外,其他 15 种组分的荧光灵敏度均比紫外高 100~500 倍。因此,根据这 15 种目标物荧光检测器出峰时间的不同,分别优化对应的激发和发射波长(表 1),实现了 15 种目标物的高灵敏检测。针对萘烯,邓樱花等(2010)报道用 254 nm 作为紫外检测波长,但全扫描发现其在 229 nm 波长时响应最高,所以本方法确定萘烯的检测波长为 229 nm。因此,最终确定用荧光和紫外检测器串联对 16 种目标组分进行分析(图 1),并且双检测器联用有助于排除干扰。

2.2 样品前处理方法的研究

2.2.1 提取方法的选择

土壤中 PAHs 的提取方法主要有索氏提取法、加速溶剂萃取法和超临界流体萃取法等,这些方法不是设

备要求较高,就是步骤繁琐、用时较长、试剂消耗量大等。相比之下,超声波萃取方法具有操作简单、方便、用时较少等特点,成本较低,所以本研究采用超声萃取。而提取试剂则根据宋冠群等(2005)有关报道,比较了异丙醇、乙腈和甲醇三种提取剂的提取效率,结果表明,异丙醇对目标物质的提取效率最高,所有物质的回收率均在70%以上,并且平行性较好,显著优于其他两种提取剂(图2)。



a. 15种目标物荧光检测图谱;b. 萘烯紫外波长229 nm检测图谱;c. 萘烯紫外波长254 nm检测图谱

1. 萘; 2. 萘烯; 3. 苊; 4. 芴; 5. 菲; 6. 蒽; 7. 荧蒽; 8. 芘; 9. 苯并(a)蒽; 10. 䟽; 11. 苯并(b)荧蒽; 12. 苯并(k)荧蒽; 13. 苯并(a)芘;
14. 二苯并[a,h]蒽; 15. 苯并[g,h,i]芘; 16. 茚并[1,2,3-cd]芘

a. FL chromatogram of 15 PAHs; b. UV chromatogram on 229 nm of acenaphthylene; c. UV chromatogram on 254 nm of acenaphthylene

1. Naphthalene; 2. Acenaphthylene; 3. Acenaphthene; 4. Fluorene; 5. Phenanthrene; 6. Anthracene; 7. Fluoranthene; 8. Pyrene;

9. Benzo(a)anthracene; 10. Chrysene; 11. Benzo(b)fluoranthene; 12. Benzo(k)fluoranthene; 13. Benzo(a)pyrene;

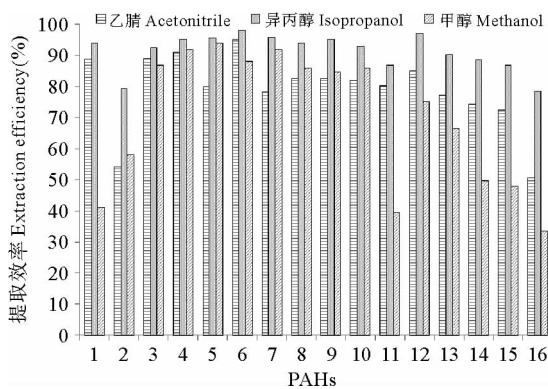
14. Dibenzo(a,h)anthracene; 15. Benzo(g,h,i)perylene; 16. Indeno(1,2,3-cd)pyrene

图1 16种PAHs混合标准色谱

Fig. 1 Chromatogram of a mixture of 16 PAHs standards (100 ng/ml)

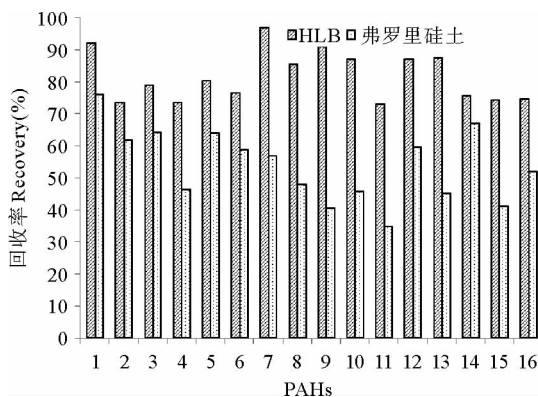
2.2.2 净化方法的选择

沉积物提取液中的杂质较多,降低色谱柱的分辨率,甚至可能造成堵塞,影响色谱柱的使用寿命,因此沉积物的前处理过程往往需要有效的净化步骤。试验考察了HLB和自己填充的弗罗里硅土两种固相萃取小柱对样品的净化效果,实验证明,HLB小柱的净化效果较好,操作简单方便;并考察了5、8、10 ml二氯甲烷洗脱液对回收率的影响。实验结果显示,不同体积洗脱液对目标物质影响不大,因此在保证回收率的前提下使用最少体积的试剂,确定用5 ml二氯甲烷洗脱。实验最终确定用HLB小柱净化,各目标物的回收率都能达到70%以上。与刁春燕等(2010)中提到的净化方法相比,本研究的净化方法更加简便,消耗试剂量少,实验重复性好,同时能达到较好的回收效果。



1. 萘; 2. 苊烯; 3. 苊; 4. 芴; 5. 菲; 6. 蒽; 7. 荧蒽; 8. 䓛; 9. 苯并(a)蒽; 10. 䓞; 11. 苯并(b)荧蒽; 12. 苯并(k)荧蒽; 13. 苯并(a)䓛; 14. 二苯并[a,h]蒽; 15. 苯并[g,h,i]䓛; 16. 茚并(1,2,3-cd)䓛
 1. Naphthalene; 2. Acenaphthylene; 3. Acenaphthene; 4. Fluorene; 5. Phenanthrene; 6. Anthracene; 7. Fluoranthene; 8. Purene; 9. Benzo(a)anthracene; 10. Chrysene; 11. Benzo(b)fluoranthene; 12. Benzo(k)fluoranthene; 13. Benzo(a)pyrene; 14. Dibenzo(a,h)anthracene; 15. Benzo(g,h,i)perylene; 16. Indeno(1,2,3-cd)pyrene
 图 2 3 种提取剂的提取效率

Fig. 2 Extraction efficiency of the three extraction agents



1. 萘; 2. 苊烯; 3. 苊; 4. 芴; 5. 菲; 6. 蒽; 7. 荧蒽; 8. 䓛; 9. 苯并(a)蒽; 10. 䓞; 11. 苯并(b)荧蒽; 12. 苯并(k)荧蒽; 13. 苯并(a)䓛; 14. 二苯并[a,h]蒽; 15. 苯并[g,h,i]䓛; 16. 茚并(1,2,3-cd)䓛
 1. Naphthalene; 2. Acenaphthylene; 3. Acenaphthene; 4. Fluorene; 5. Phenanthrene; 6. Anthracene; 7. Fluoranthene; 8. Purene; 9. Benzo(a)anthracene; 10. Chrysene; 11. Benzo(b)fluoranthene; 12. Benzo(k)fluoranthene; 13. Benzo(a)pyrene; 14. Dibenzo(a,h)anthracene; 15. Benzo(g,h,i)perylene; 16. Indeno(1,2,3-cd)pyrene
 图 3 HLB 小柱和弗罗里硅土小柱的回收率

Fig. 3 Recovery rate of 16 PAHs in different SPEs

2.3 线性范围和检出限

配制一系列浓度梯度的标准工作溶液,按 1.3 的条件进行分析,以各组分的峰面积(Y)为纵坐标,各组分的浓度(X)为横坐标进行线性回归分析。采用空白样品中添加 PAHs 的方法,以信噪比 S/N≥3 确定各组分的检出限,结果见表 2。由表 2 可见,目标组分在各自相应浓度范围内线性关系良好,相关系数(r)均不低于 0.999 0,检出限为 0.2~4.9 μg/kg,灵敏度均高于已有文献的报道(高彦征等 2005;郭 丽等 2007)。

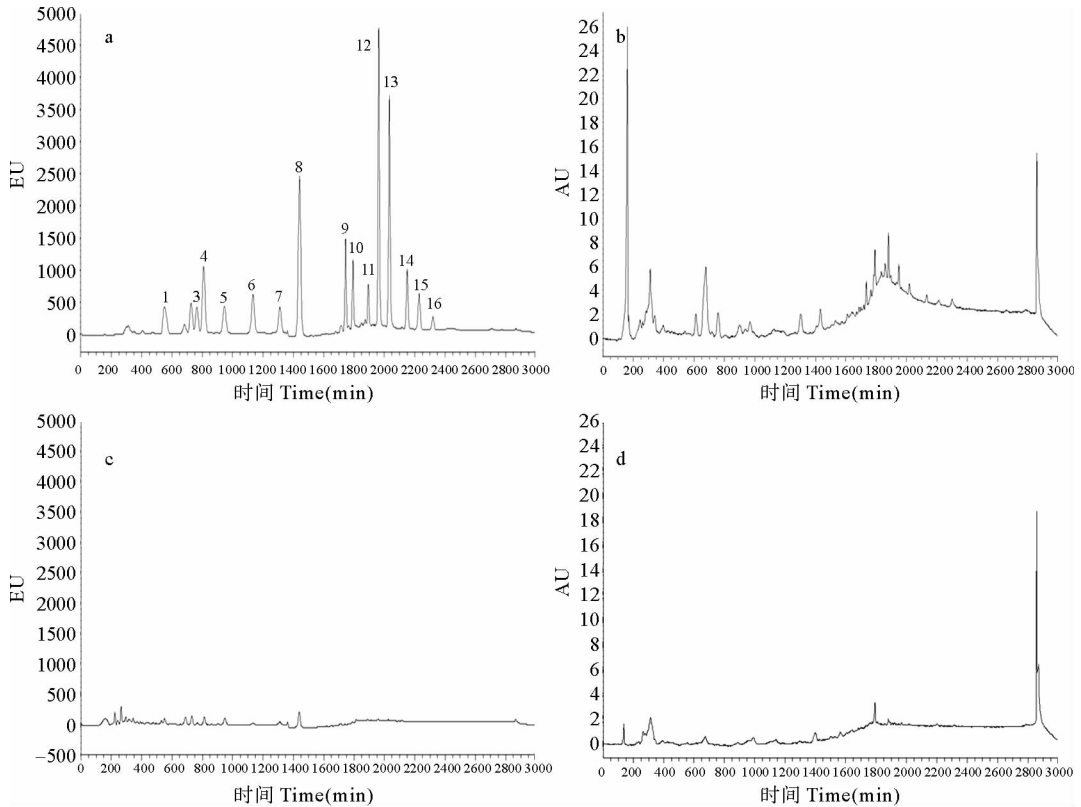
表 2 16 种 PAHs 的线性范围、线性方程、相关系数和检出限

Table 2 Linear range, linear equation, correlation coefficient and determination limits of 16 PAHs

多环芳烃 PAHs	线性范围 Linear range (ng/ml)	线性方程 Linear equation	相关系数 r Correlation coefficient	检出限 Determination limit (μg/kg)
萘 Naphthalene	0.5~1000	$Y=2.0 \times 10^4 X + 1.65 \times 10^3$	0.999 9	0.9
苊烯 Acenaphthylene	0.45~1000	$Y=3.73 \times 10^2 X + 4.26 \times 10^2$	0.999 9	3.6
苊 Acenaphthene	0.3~1000	$Y=5.05 \times 10^4 X + 1.89 \times 10^4$	0.999 9	2.2
芴 Fluorene	0.2~1000	$Y=1.06 \times 10^5 X + 1.62 \times 10^4$	0.999 9	0.9
菲 Phenanthrene	0.4~1000	$Y=3.22 \times 10^4 X + 5.63 \times 10^3$	0.999 9	2.3
蒽 Anthracene	0.2~1000	$Y=8.56 \times 10^4 X + 2.36 \times 10^4$	0.999 9	2.1
荧蒽 Fluoranthene	0.3~1000	$Y=4.22 \times 10^4 X + 1.18 \times 10^5$	0.999 3	1.9
䓛 Purene	0.1~1000	$Y=2.22 \times 10^5 X + 5.03 \times 10^4$	0.999 9	0.3
苯并(a)蒽 Benzo(a)anthracene	0.2~1000	$Y=1.0 \times 10^5 X + 7.53 \times 10^4$	0.999 9	0.6
䓞 Chrysene	0.25~1000	$Y=6.72 \times 10^4 X + 1.21 \times 10^5$	0.999 9	0.7
苯并(b)荧蒽 Benzo(b)fluoranthene	0.3~1000	$Y=4.47 \times 10^4 X + 1.87 \times 10^5$	0.999 6	0.9
苯并(k)荧蒽 Benzo(k)fluoranthene	0.1~1000	$Y=3.97 \times 10^5 X + 1.61 \times 10^5$	0.999 9	0.2
苯并(a)䓛 Benzo(a)pyrene	0.1~1000	$Y=3.30 \times 10^5 X + 1.14 \times 10^5$	0.999 9	0.2
茚并(1,2,3-cd)䓛 Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.2~1000	$Y=1.34 \times 10^5 X + 3.58 \times 10^4$	0.999 9	0.9
二苯并[a,h]蒽 Dibenzo(a,h)anthracene	0.3~1000	$Y=7.50 \times 10^4 X + 1.69 \times 10^4$	0.999 9	1.5
苯并[g,h,i]䓛 Benzo(g,h,i)perylene	0.35~1000	$Y=3.31 \times 10^4 X + 1.61 \times 10^3$	0.999 9	4.9

2.4 准确度和精密度

在实际沉积物样品中添加 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 两个浓度的 16 种 PAHs 的混合标准溶液,每个浓度做 6 个平行样品,按本方法进行准确度和精密度实验,分析结果见表 3。16 种 PAHs 的平均回收率为 72.6%~117%之间,相对标准偏差均小于 10%,稳定性好。加标浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的样品色谱图如图 4 所示。



a. 加标样品荧光色谱;b. 加标样品紫外色谱;c. 空白样品荧光色谱;d. 空白样品紫外色谱

1. 萘; 2. 萘烯; 3. 苊; 4. 芴; 5. 菲; 6. 蒽; 7. 荧蒽; 8. 苝; 9. 苯并(a)蒽; 10. 蒾; 11. 苯并(b)荧蒽; 12. 苯并(k)荧蒽; 13. 苯并(a)苝; 14. 二苯并[a,h]蒽; 15. 苯并[g,h,i]苝; 16. 茚并(1,2,3-cd)苝

a. FL chromatogram of spiked sample; b. UV chromatogram of spiked sample;
c. FL chromatogram of blank sample; d. UV chromatogram of blank sample.

1. Naphthalene; 2. Acenaphthylene; 3. Acenaphthene; 4. Fluorene; 5. Phenanthrene; 6. Anthracene; 7. Fluoranthene; 8. Purene;
9. Benzo(a)anthracene; 10. Chrysene; 11. Benzo(b)fluoranthene; 12. Benzo(k)fluoranthene; 13. Benzo(a)pyrene;
14. Dibenzo(a,h)anthracene; 15. Benzo(g,h,i)perylene; 16. Indeno(1,2,3-cd)pyrene

图4 加标 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 样品的色谱

Fig. 4 Chromatogram of a spiked 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ sample

2.5 实际样品的测定

应用本方法,随机分析了 2011 年 8 月和 9 月分别取自于大连和烟台海域的部分表层沉积物样品,发现所有样品均含有不同含量的 PAHs 组分,表明该方法适于实际样品的检测。

3 结论

建立了同时测定海洋沉积物中16种多环芳烃的高效液相色谱-荧光/紫外串联检测方法。双检测器的应

表3 方法的加标回收率和精密度结果($n=6$)Table 3 Recovery and relative standard deviation of spiked samples ($n=6$)

多环芳烃 PAHs	本底值 Background ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	不同添加浓度的回收率 Recovery rate at different concentrations					
		5 $\mu\text{g}/\text{kg}$			10 $\mu\text{g}/\text{kg}$		
		实测值 Content ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 Recovery rate (%)	相对标 准偏差 RSD (%)	实测值 Content ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 Recovery rate (%)	相对标 准偏差 RSD (%)
萘 Naphthalene	9.20	14.60	108	8.1	20.70	115	8.3
萘烯 Acenaphthylene	—	4.01	80.2	7.4	7.45	74.5	6.2
萘 Acenaphthene	—	4.45	88.9	8.5	8.89	88.9	8.5
芴 Fluorene	2.54	8.39	117	9.1	12.24	97.0	8.7
菲 Phenanthrene	1.27	6.47	104	8.9	13.17	119	9.7
蒽 Anthracene	3.28	7.24	79.2	7.6	11.19	79.1	8.6
荧蒽 Fluoranthene	—	5.75	115	9.1	9.37	93.7	9.2
苊 Purene	0.48	5.35	97.3	9.5	8.60	81.2	9.3
苯并(a)蒽 Benzo(a)anthracene	—	3.72	74.3	7.9	7.92	79.2	8.7
屈 Chrysene	4.02	8.04	80.3	7.2	12.58	85.6	7.8
苯并(b)荧蒽 Benzo(b)fluoranthene	1.42	6.25	96.5	9.2	9.64	82.2	8.4
苯并(k)荧蒽 Benzo(k)fluoranthene	—	4.57	91.3	8.7	9.65	96.5	7.2
苯并(a)苊 Benzo(a)pyrene	—	3.89	77.8	8.1	8.86	88.6	8.5
茚并(1,2,3-cd)苊 Indeno(1,2,3-cd)pyrene	-	3.63	72.6	7.7	7.82	78.2	8.2
二苯并[a,h]蒽 Dibenzo(a,h)anthracene	0.86	5.18	86.5	8.4	8.14	72.8	7.3
苯并[g,h,i]花 Benzo(g,h,i)perylene	-	3.74	74.7	7.3	7.73	77.3	7.1

注:样品均以干重计

Note: Values are in dry weight

表4 大连及烟台地区海洋沉积物样品中多环芳烃的含量($\mu\text{g}/\text{kg}$)Table 4 Contents of PAHs in marine sediments collected from Dalian and Yantai ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

多环芳烃 PAHs	大连海域 Dalian Sea			烟台海域 Yantai Sea		
	样品 1 Sample 1	样品 2 Sample 2	样品 3 Sample 3	样品 1 Sample 1	样品 2 Sample 2	样品 3 Sample 3
萘 Naphthalene	2.3	2.7	1.9	3.4	2.6	3.1
萘烯 Acenaphthylene	—	—	—	—	—	—
萘 Acenaphthene	—	—	—	—	4.1	3.8
芴 Fluorene	1.2	—	0.97	—	—	1.32
菲 Phenanthrene	4.3	5.1	3.4	6.5	—	—
蒽 Anthracene	—	—	—	—	5.7	—
荧蒽 Fluoranthene	—	—	2.1	—	2.3	—
苊 Purene	—	0.72	—	0.57	—	0.54
苯并(a)蒽 Benzo(a)anthracene	0.73	—	0.65	0.61	—	—
屈 Chrysene	3.2	—	4.7	—	3.5	—
苯并(b)荧蒽 Benzo(b)fluoranthene	—	1.2	—	—	1.7	—
苯并(k)荧蒽 Benzo(k)fluoranthene	0.43	—	0.62	0.54	—	0.97
苯并(a)苊 Benzo(a)pyrene	—	0.33	—	0.64	0.96	—
茚并(1,2,3-cd)苊 Indeno(1,2,3-cd)pyrene	—	—	—	—	—	—
二苯并[a,h]蒽 Dibenzo(a,h)anthracene	—	1.4	1.7	1.6	—	2.1
苯并[g,h,i]花 Benzo(g,h,i)perylene	—	—	—	—	—	—

注:“—”表示 PAHs 在样品中的含量低于检出限

Note: “—” means the contents of PAHs were all below the LOD

用和检测波长的优化提高了方法的灵敏度;以异丙醇为提取剂,采用超声提取方式,简化了提取过程,提高了检测效率;HLB固相萃取柱的应用,净化了海洋沉积物中的杂质,同时保证了较高的回收率。本方法方便、快捷、灵敏度高,适用于表层沉积物中PAHs的污染分析,为下一步开展PAHs生态及食品安全风险评价工作提供了良好方法基础。

参 考 文 献

- 刁春燕,周启星,周俊良,孙约兵. 2011. 土壤、沉积物和植物样品中多环芳烃(PAHs)不同提取与净化方法比较. 农业环境科学学报, 30(12): 2399-2407
- 邓樱花,孙敏,侯汉娜,苏明伟. 2010. 高效液相色谱法检测土壤中的5种多环芳烃. 湖北大学学报(自然科学版), 32(4): 454-457
- 刘学平,徐文彬,宾丽英,郑水生. 2010. 河流沉积物中多环芳烃(PAHs)类化合物提取技术的比较研究. 广东化工, 37(2): 52-54
- 李春玉,石利利,单正军,孔德洋. 2008. 土壤中苯并[a]芘和二苯并[a,h]蒽的快速检测方法. 环境污染与防治, 30(9): 43-50
- 许静,任明忠,杜国勇,张素坤,许振成. 2009. 北江表层沉积物中多环芳烃的分布与风险评价. 环境科学, 30(11): 3269-3275
- 宋玉芳,区自清,孙铁珩. 1995. 土壤、植物样品中多环芳烃(PAHs)分析方法研究. 应用生态学报, 6(1): 92-96
- 苏纪兰, Peter Harrison. 2010. 中国海洋可持续发展的生态问题与政策研究. 中国环境与发展国际合作委员会2010年年会工作报告
- 宋冠群,林金明. 2005. 环境样品中多环芳烃的前处理技术. 环境科学学报, 25(10): 1287-1296
- 宋雪英,孙丽娜,杨晓波,曲亚军,孙铁珩. 2008. 辽河流域表层土壤多环芳烃污染现状初步研究. 农业环境科学学报, 27(1): 216-220
- 张路,范成新. 2001. 底泥中多环芳烃提取方法评述. 环境监测管理与技术, 13(5): 8-12
- 郭丽,惠亚梅,郑明辉,刘文彬,张庆华. 2007. 气相色谱-质谱联用测定土壤及底泥样品中的多环芳烃和硝基多环芳烃. 环境化学, 26(2): 192-196
- 郝蓉,万洪富,杜卫兵,彭少麟. 2005. 亚热带地区农业土壤和植物中多环芳烃的分布. 浙江大学学报(农业与生命科学版), 31(4): 374-380
- 高彦症,朱利中,凌婉婷,熊巍. 2005. 土壤和植物样品的多环芳烃分析方法研究. 农业环境学报, 24(5): 1003-1006
- 钱薇,倪进治,骆永明,李秀华,皱德勋. 2007. 高效液相色谱-荧光检测法测定土壤中的多环芳烃. 色谱, 25(2): 221-225
- 黄宏,黄长江,陈图锋,朱爱意. 2006. 超声波萃取-高效液相色谱法在海洋沉积物样品多环芳烃分析中的运用. 海洋技术, 25(1): 67-72
- 崔艳红,朱雪梅,郭丽青,龚钟明,陶澍,沈伟然,赵喜美,韩兰香. 2002. 天津污灌区土壤中多环芳烃的提取、净化和测定. 环境化学, 21(4): 392-396
- 葛成军,唐文浩,黄占斌,俞花美. 2009. 土壤中多环芳烃不同前处理分析方法的比较. 农业环境科学学报, 28(4): 859-864
- Vergnoux A, Malleret L, Asia L and 2 others. 2011. Impact of forest fires on PAH level and distribution in soils. Environmental Research 111(2): 193-198
- Alderman NS, N'Guessan AL, Nyman MC. 2007. Effective treatment of PAH contaminated Superfund site soil with the peroxy-acid process. J Hazardous Materials 146(3): 652-660