

# 环境空气中苯并[ $\alpha$ ]芘的测定—Flex-HPSE 高效快速溶剂萃取系统

## 前言

苯并芘又称苯并[ $\alpha$ ]芘，英文缩写 BaP，是一种常见的高活性间接致癌物和突变原。苯并[ $\alpha$ ]芘释放到大气中以后，总是和大气中各种类型微粒所形成的气溶胶结合在一起，在 8 微米以下的可吸入尘粒中，吸入肺部的比率高，经呼吸道吸入肺部，进入肺泡甚至血液，导致肺癌和心血管疾病。

加压流体萃取技术是近年来发展起来的一种在高温、高压条件下快速处理固体或半固体样品的方法，与常用的索氏提取、超声提取、微波萃取技术等方法相比，具有节省溶剂、快速、回收率高、健康环保、自动化程度高等明显优势。

本实验参考方法 HJ 956-2018，使用莱伯泰科全自动高效快速溶剂萃取系统（Flex-HPSE）提取吸附膜中的苯并[ $\alpha$ ]芘，SPE1000 全自动固相萃取系统净化，M64 高通量平行浓缩系统浓缩后用高效液相色谱仪进行检测的一整套方法。实验方法简便、回收率较高且平行性良好，适用于环境空气中苯并[ $\alpha$ ]芘的检测。

## 1、仪器与试剂

### 1.1 Flex-HPSE 全自动高效快速溶剂萃取系统（莱伯泰科公司）；



1.2 SPE1000 全自动固相萃取系统（莱伯泰科公司）；



1.3 M64 高通量平行浓缩系统（莱伯泰科公司）；



- 1.4 LC600 高效液相色谱仪，配有荧光检测器（莱伯泰科公司）；
- 1.5 苯并[α]芘标准储备液（1000 μg / mL，溶剂为乙腈）；
- 1.6 苯并[α]芘标准中间液（30 μg / mL，溶剂为乙腈）；
- 1.7 苯并[α]芘标准使用液（3 μg / mL，溶剂为乙腈）；
- 1.8 二氯甲烷（色谱纯）；
- 1.9 正己烷（色谱纯）；
- 1.10 乙腈（色谱纯）；
- 1.11 二氯己烷-正己烷混合溶液：3+7；
- 1.12 硅胶固相萃取柱（1g/6mL，LabTech）；
- 1.13 超细石英纤维滤膜

## 2、环境空气样品处理

### 2.1 提取

将采样后的滤膜放入快速溶剂萃取罐中，设定萃取温度 100℃，压力 1500psi（10.34Mpa），静态萃取 5min，萃取溶剂为二氯甲烷（1.8），淋洗体积为 60%池体积，氮气吹扫 60s，循环次数 2 次，萃取液收集在 60mL 收集瓶内，具体方法如图 1 所示。

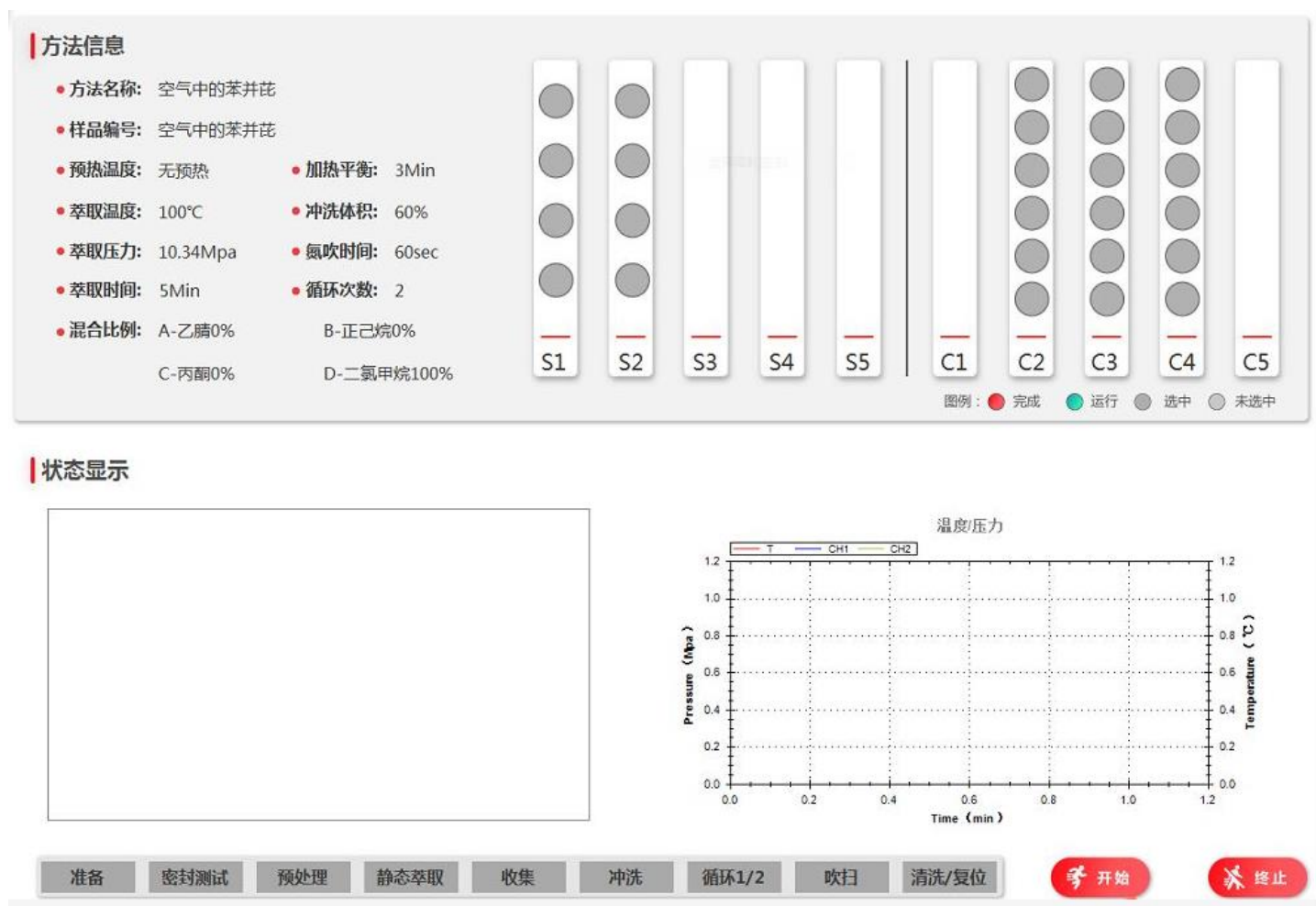


图 1 加速溶剂萃取方法

## 2.2 浓缩

将收集管直接置于 M64 中，浓缩温度 40℃，开启氮吹针定时跟随功能。浓缩过程中使用正己烷淋洗收集管，最后置换溶剂为正己烷，样品体积在 1mL 左右。

## 2.3 净化

净化过程采用硅胶固相萃取柱净化，具体方法如下：

按照图 2 方法进行净化实验，其中洗脱溶剂为二氯己烷-正己烷混合溶液（1.11），收集液用 M64 浓缩至近干，用乙腈定容至 1mL，待测。

方法管理: 关闭

方法名称: 环境空气中的苯并芘      上样模式: 完全上样  
萃取模式: 保留干扰物      是否追随液面: 否

活化    上样    清洗样品瓶    淋洗    洗脱    洗脱样品瓶

步骤	溶剂	体积 (ml)	流速 (ml/min)	Collection	干燥 (sec)
▶ 活化	二氯甲烷	4	3	废液1	0
活化	正己烷	10	2	废液1	0
洗针	正己烷				
上样		1	1	组分1	20
洗针	正己烷				5
清洗样品瓶	二氯甲烷正己烷3:7	1	3		30
清洗样品瓶	二氯甲烷正己烷3:7	1	3		30
淋洗	二氯甲烷正己烷3:7	4	1	组分1	30
淋洗	二氯甲烷正己烷3:7	4	1	组分1	60

保存    插入行    删除行

图 2 硅胶固相萃取柱净化方法

## 2.4 空白加标处理

按 2.1 方法装填空白滤膜过程中，加 0.1mL 标准使用液（1.7）至萃取罐中，然后按照 2.1~2.3 方法进行实验，最后用乙腈定容至 1mL，以此来测定空白加标回收率。

## 2.5 仪器参考条件

色谱柱：C18 4.6mm\*250mm；柱箱温度：30℃；柱流速：1.0mL/min；进样量：20 μL；荧光检测器的激发波长/发射波长：305nm/430nm；流动相：乙腈水（8+2）。

## 3、实验结果

### 3.1 苯并[α]芘标准色谱图

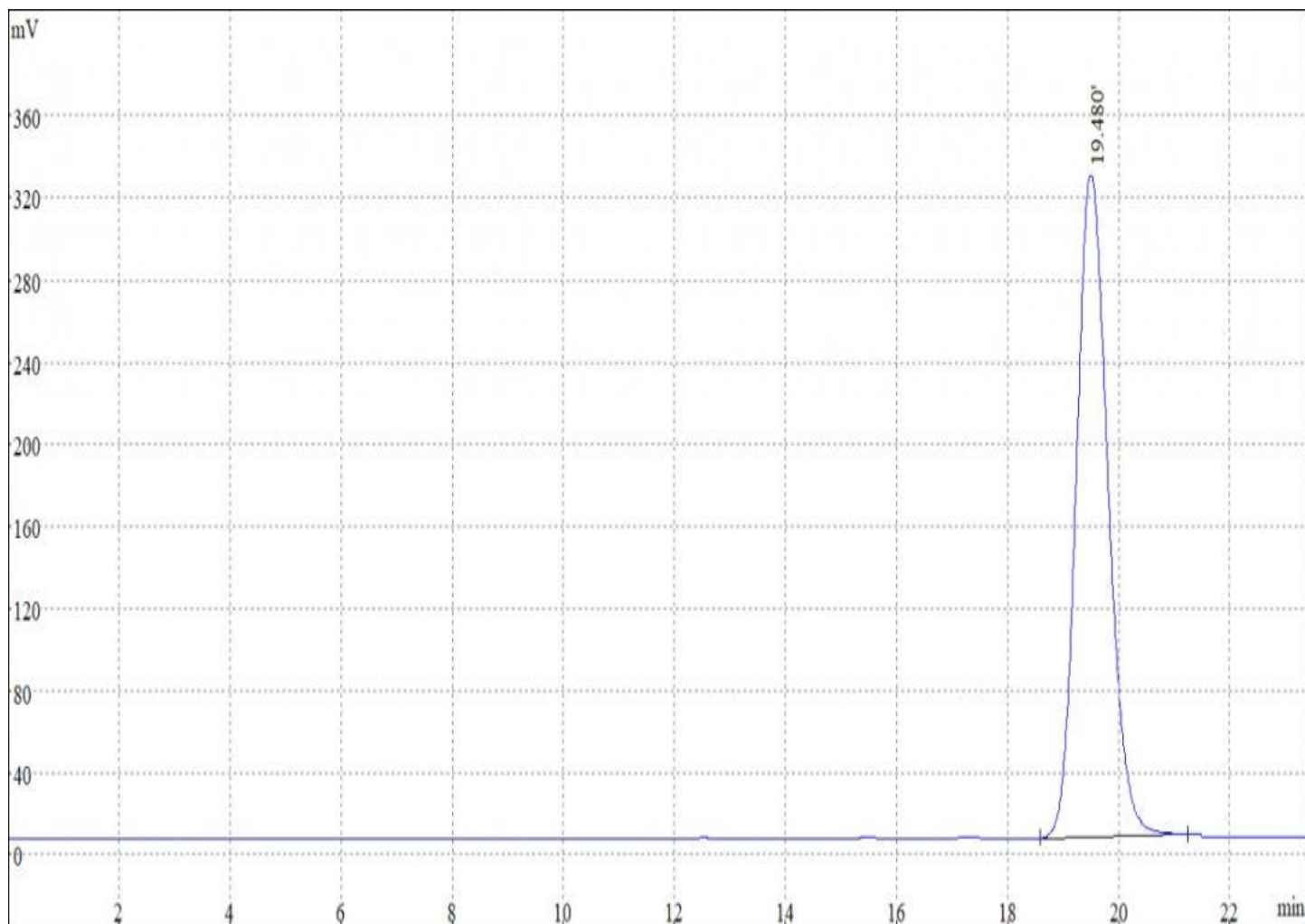


图 3 500ng/mL 苯并[α]芘标准色谱图

### 3.2 空白加标色谱图

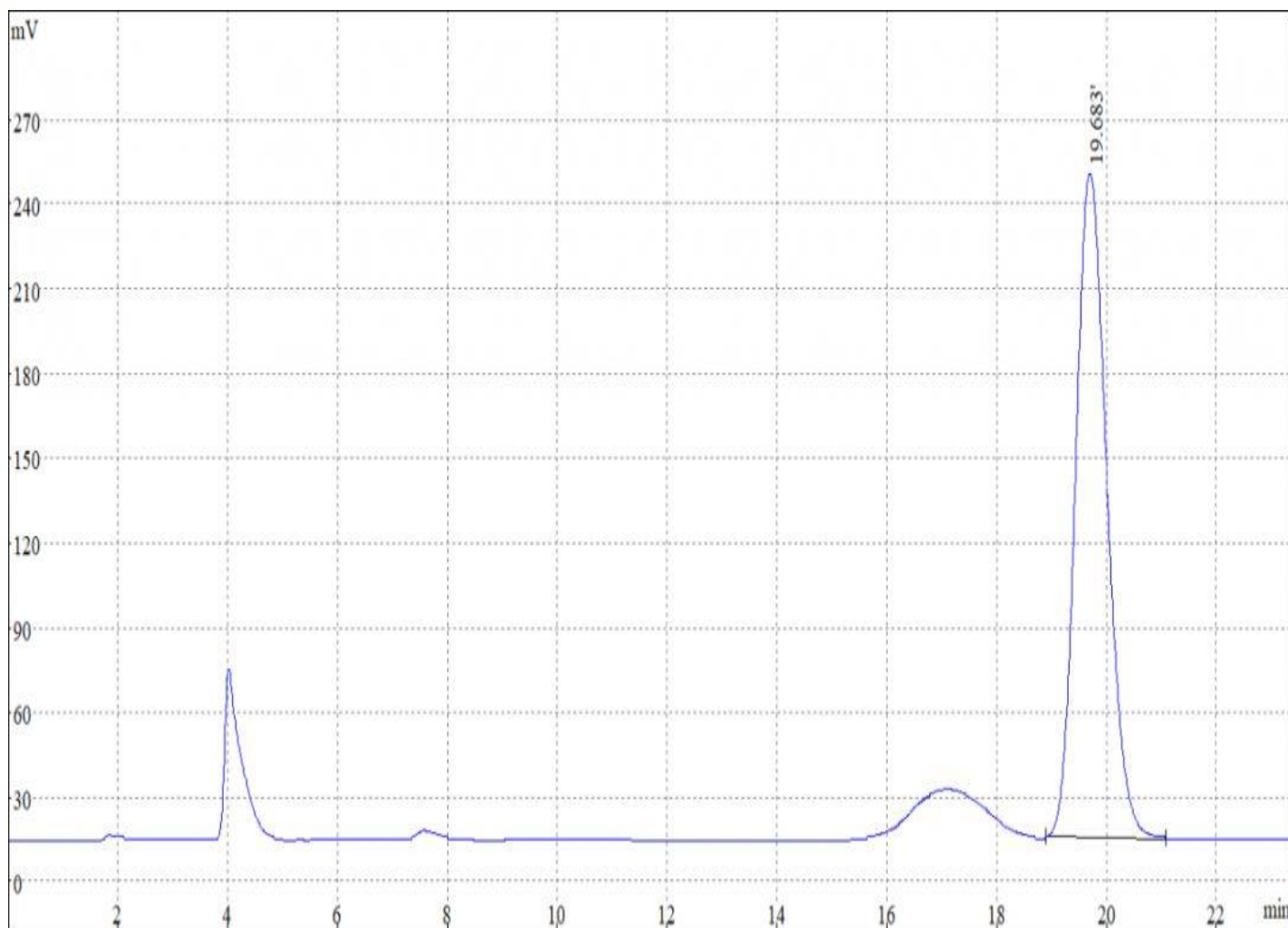


图 4 300ng/mL 空白加标色谱图

### 3.3 标准曲线的建立

分别移取适量苯并[ $\alpha$ ]芘标准使用液（1.7），用乙腈（1.10）稀释，制备标准系列，质量浓度分别为  $0.025 \mu\text{g} / \text{mL}$ 、 $0.050 \mu\text{g} / \text{mL}$ 、 $0.100 \mu\text{g} / \text{mL}$ 、 $0.500 \mu\text{g} / \text{mL}$ 、 $1.00 \mu\text{g} / \text{mL}$ 、 $2.00 \mu\text{g} / \text{mL}$ 。

将标准系列溶液依次注入高效液相色谱仪，按照仪器参考条件（2.5）检测，得到不同浓度的苯并[ $\alpha$ ]芘的色谱图。以浓度为横坐标，以其对应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线如下图 5 所示。

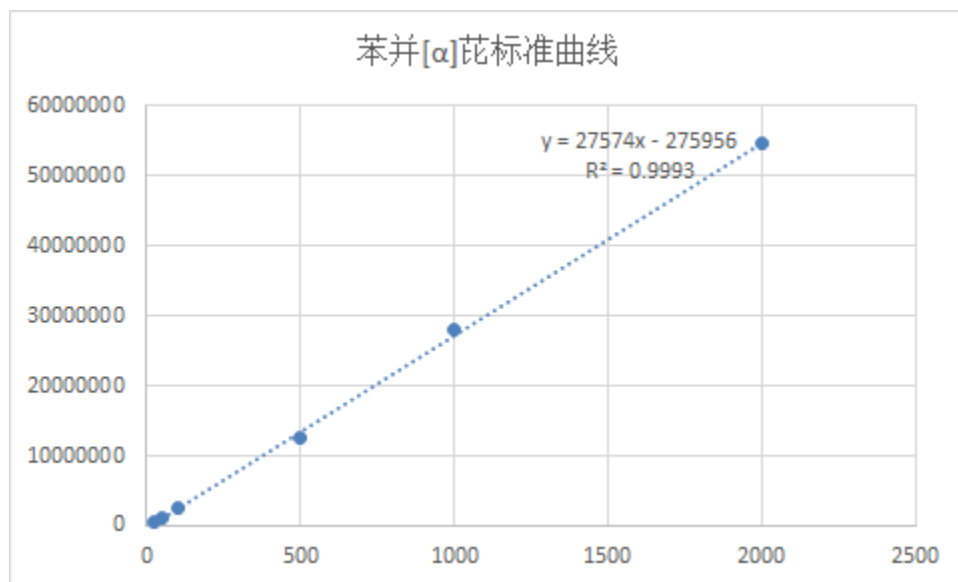


图 5 苯并[α]芘标准曲线

### 3.4 空白加标回收率

表 1 空白加标回收率

名称	回收率 (%)						平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3	4	5	6		
苯并[α]芘	113.5	99.7	93.0	116.6	109.5	94.5	104.5	9.6

## 4、结论

由表 1 可知，高效溶剂萃取-固相萃取-高效液相色谱法测定环境空气中的苯并[α]芘，加标回收率为 93.0%~116.6%，RSD 为 9.6%。本方法测定的加标量为 0.3 μg，样品无检出。

60mL 收集管同时适用于这三种仪器，实验过程中不需要进行液体的转移，能够有效的减少转移过程中造成的损失。

综上所述，高效溶剂萃取-固相萃取-高效液相色谱法测定环境空气中的苯并[α]芘这一实验中，莱伯泰科 Flex-HPSE 全自动高效快速溶剂萃取系统、SPE1000 全自动固相萃取系统和 M64 高通量平行浓缩系统能够高效、稳定地达到实验的要求，可以提供领域范围内的良好应用