

解决方案 固体废物中多氯联苯的测定解决方案

关键词

固体废物；多氯联苯；液体样品处理工作站；加压流体萃取仪；Fotector Plus；AutoEVA-20Plus

介绍

浸出毒性就是固体废物遇水浸沥，浸出的物质迁移转化，污染环境，这种危害性称为浸出毒性。随着社会的发展，危险固废的浸出毒性逐渐被人们所关注，多氯联苯由于其难降解，可通过食物链富集而直接危害人类的健康，已成为全球性的重要污染物之一。

因此本实验参考了方法HJ 891-2016《固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》、GB 5083.5附录N《固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱法》和HJ 782-2016《固体废物有机物的提取加压流体萃取法》，简要介绍了使用睿科HPFE高通量加压流体萃取仪萃取固体废物中的多氯联苯、FotectorPlus高通量全自动固相萃取仪净化，AutoEVA-20Plus全自动平行浓缩仪浓缩后用气相串联质谱进行检测的一套解决方案。

1. 仪器与试剂

仪器

Raykol Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站

Raykol HPFE 高通量加压流体萃取仪；

Raykol Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪；

Raykol MPE 高通量真空平行浓缩仪

Raykol AutoEVA-20Plus 全自动平行浓缩仪；

Agilent 7890B 气相色谱-5977A 质谱联用仪；

耗材

佛罗里硅土固相萃取柱 (RayCure Florisil, 1 g/6 mL, RC-204-16945)；

试剂

PCBs 标准储备液 (10ppm, 溶剂为正己烷)；

丙酮 (色谱纯)；正己烷 (色谱纯)；

无水硫酸钠 (西陇)；

硅藻土 (置于马弗炉中 400 °C 烘 4h, 冷却后贮于玻璃瓶中于干燥器内保存)。

2. 标准工作曲线的配制

使用 Auto Prep 200 液体样品处理工作站可进行混合标准工作溶液的配制。采用正己烷配制浓度为 50 µg/L, 100 µg/L, 200 µg/L, 500 µg/L, 800 µg/L, 1000 µg/L 的多氯联苯和替代物的标准溶液, 分别加入适量内标标准溶液, 使其在标准溶液中的浓度达到 250 µg/L 的标准曲线。

3. 样品制备

3.1 萃取

称取固体废物 20g, 加入适量的硅藻土充分搅拌均匀, 装填至 34mL 的萃取池中, 同样方法装填好六个萃取池中。将装好样品置于 HPFE 中 (同时萃取六个样品), 萃取溶剂为正己烷-丙酮 (1: 1, 体积比) 混合溶液, 系统压力 10 Mpa, 萃取温度 100°C, 静态萃取时间 5 min, 萃取吹扫时间为 1 min, 冲洗体积为萃取池体积 60%, 冲洗时间为 20s。循环萃取两次, 收集萃取液, 用无水硫酸钠去除水分。

3.2 浓缩

将收集的萃取液放置于 MPE 高通量真空平行浓缩仪中, 浓缩温度 40°C, 使用正己烷转溶, 最后置换溶剂为正己烷, 样品浓缩体积至 2mL。

3.3 净化

1. 清洗样品通道, 先用正己烷和丙酮 (1: 9, 体积比) 混合溶液清洗上样针。

2. 活化: 采用 Florisil 小柱 (1g /6 mL) 进行富集净化。小柱首先采用 5 mL 正己烷和丙酮 (1: 9, 体积比) 混合溶液洗涤小柱, 紧接着以正己烷进行活化。

3. 上样: 采用 0.5 mL/min 的流速进行上样, 收集流出液。

4. 清洗样品瓶: 用正己烷清洗样品瓶, 收集流出液。

5. 淋洗: 用正己烷和丙酮 (1: 9, 体积比) 混合溶液洗脱固相小柱, 洗脱速度为 1 mL/min, 收集溶液。

6. 将收集液用 AutoEVA-20Plus 全自动平行浓缩仪氮吹至 0.5 mL, 加入内标, 正己烷定容至 1 mL, 待测样品进行气质检测。详细的净化步骤如下:

序号	命令	溶剂	排出	流速 (mL/min)	体积 (mL)	时间 (min)
1	清洗样品通道	丙酮: 正己烷1: 9				2.9
2	活化	丙酮: 正己烷1: 9	有机废液	1	5	5.5
3	活化	C6H14	有机废液	1	5	5.4
4	上样		收集	1	2	2.4
5	清洗样品瓶	C6H14	收集	80	3	3.8
6	洗脱	丙酮: 正己烷1: 9	收集	1	4	4.4
7	洗脱	丙酮: 正己烷1: 9	收集	1	4	4.4
8	气推		收集	30	10	1.1
9	结束					
10						

图 1. 净化方法

4. 样品加标处理

在固体废物样品中分别加入 10 μ L、30 μ L、

60 μ L 的 10 ppm 的多氯联苯标准浓液，然后按照 4.1~4.3 方法进行实验，加入内标，最后用正己烷定容至 1 mL，用来测定加标回收率。

5. 气相色谱-质谱联用仪条件

表 1. 气相色谱-质谱联用仪条件

柱子	30m*0.25mm*0.25 μ m
进样口温度	280℃
柱流速	1.0mL/min
进样量	1.0 μ L
柱温	50℃保持 3min，以 10℃/min 升至 280℃，保持 12min
辅助加热温度	290℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
模式	全扫描
扫描范围	45amu~450amu
溶剂延迟时间	5min

6. 结果与结论

表 2. 加标样品的回收率

化合物	回收率 (%)				
	1	2	3	Avg.	RSD (%)
PCB28	85.3	86.1	93.8	88.4	4.6
PCB52	88.9	89.4	92.6	90.3	5.0

PCB101	90.5	95.2	93.7	93.1	4.8
PCB180	92.5	101.8	87.6	94.0	6.8
PCB77	92.8	102.2	97.2	97.4	6.0
PCB81	97.4	100.6	95.9	98.0	5.6
PCB105	86.1	97.9	84.5	89.5	6.3
PCB114	93.4	90.7	88.3	90.8	5.2
PCB118	88.8	87.3	83.6	86.6	8.4
PCB123	93.0	112.7	100.9	102.2	5.4
PCB126	91.7	103.6	107.9	101.1	7.7
PCB156	108.3	100.7	94.8	101.3	7.8
PCB157	88.5	94.2	99.9	94.2	7.7
PCB167	83.6	109.0	91.1	94.6	8.1
PCB169	91.3	93.6	104.8	96.6	9.0
PCB189	88.9	89.9	91.4	90.1	7.9

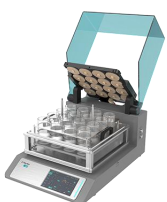
7. 解决方案的优势

本方法采用睿科 Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站可实现标准品的全自动化配制；

睿科 HPFE 高通量加压流体萃取仪作为土壤提取的必备装置，可在 30 min 同时萃取六个样品，按照工作时间 8 个小时，日处理量可达 96 个，仪器操作简单，可通过触摸屏控制，一键运行，新进实验室人员可以马上上手操作，仪器有四种溶剂，可按照不同的比例进行抽取，无需人工配制。

Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪能同步进行 6 个样品处理，自动连续处理 60 个样品，从活化、上样、淋洗到洗脱等多种基础命令全部实现自动化，大大提高了仪器精度和可靠性，保证了回收率。

MPE 真空平行浓缩仪/AutoEVA-20Plus 全自动浓缩仪，大大地提高了样品前处理效率，真正完全解放实验室人员劳动。

				
全自动液体样品处理工作站	高通量加压流体萃取仪	高通量真空平行浓缩仪	全自动固相萃取仪	全自动浓缩仪
标曲配制	萃取	浓缩	净化	浓缩



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

自动化样品前处理解决方案领先供应商

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020 年 5 月版