

解决方案

固体废物中有机氯农药的测定解决方案

关键词

固体废物；有机氯农药；加压流体萃取仪；Fotector Plus，MPE

介绍

本解决方案参考方法《HJ 912-2017 固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法》、GB5085.3-2007附录H《固体废物 有机氯农药的测定 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提取固体废物中15种有机氯农药，Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪，MPE高通量真空平行浓缩仪浓缩后用气质联用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，适用于固体废物中15种有机氯农药的检测。

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 AutoEVA-20Plus 全自动平行浓缩仪

Raykol MPE 高通量真空平行浓缩仪

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

15 种有机氯农药标准使用液 (1 ppm, 溶剂为正己烷)

丙酮 (色谱纯); 正己烷 (色谱纯)

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)

无水硫酸钠 (西陇)

2. 标准溶液的配制

使用 Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站可进行混合标准溶液的配制。采用正己烷溶液配制浓度为 50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、500 µg/L、1000 µg/L 的有机氯农药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 200 µg/L 的标准曲线。

3. 样品前处理

3.1 萃取

称取固体废物 10 g 加入适量的硅藻土充分搅拌均匀, 装填至 22 mL 的萃取池中, 同样方法装填好六个萃取池。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, 预热温度 80 °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

将萃取液置于 MPE 高通量真空平行浓缩仪中, 浓缩温度 35 °C, 浓缩过程中使用正己烷淋洗并转溶, 样品体积浓缩至 2 mL 左右。

3.3 净化

1. 清洗样品通道, 先用正己烷和丙酮 (9: 1) 清洗上样针;

2. 活化: 采用 Florisil 小柱 (1 g/6 mL) 进行净化。小柱首先采用 2 mL 正己烷和丙酮 (9: 1) 进行洗涤, 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, 收集溶液。

4. 清洗样品瓶: 采用正己烷清洗样品瓶, 收集溶液。

5. 洗脱: 用 8 mL 正己烷和丙酮 (9: 1) 小柱。

6. 将收集液用 AutoEVA-20Plus 全自动平行浓缩仪氮吹至 0.5 mL, 加入 20 µL (10 µg/L) 内标液, 用正己烷定容至 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	0.5	2.5	5.4
5	清洗样品瓶	C6H14	收集	80	2	4.7
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					

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 100 μL 、30 μL 、50 μL 的 10 ppm 的有机氯农药标准溶液，然后按

照 4.1~4.3 方法进行实验，加入 20 μL (10 $\mu\text{g/L}$) 内标液，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	30 m*0.25 mm*0.25 μm
进样口温度	280 $^{\circ}\text{C}$
柱流速	1.0 mL/min
进样量	1.0 μL
柱温	120 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min，以 12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 180 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min，再以 7 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 240 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 280 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 2 min
辅助加热温度	280 $^{\circ}\text{C}$
离子源温度	230 $^{\circ}\text{C}$
四极杆温度	150 $^{\circ}\text{C}$
模式	SIM
扫描范围	45 amu~450 amu
溶剂延迟时间	5 min

6. 实验结果

表 2. 加标样品回收率

化合物	回收率 (%)				
	1	2	3	Avg.	RSD (%)
甲体六六六	88.6	91.2	83.5	87.8	3.3
乙体六六六	99.4	101.2	98.7	99.8	4.5
丙体六六六	102.3	96.5	99.6	99.5	4.7

丁体六六六	88.7	90.3	93.2	90.7	3.6
p, p' -DDD	100.2	101.5	100.1	100.6	3.3
p, p' -DDE	97.5	110.4	106.2	104.7	3.3
p, p' -DDT	73.4	84.4	83.2	80.3	4.5
o, p' -DDT	82.7	84.8	86.5	84.7	3.6
六氯苯	87.3	93.9	90.7	90.6	4.3
七氯	95.5	90.2	87.8	91.2	5.4
硫丹 1	90.6	89.7	89.4	89.9	3.3
硫丹 2	91.4	88.8	91.0	90.4	3.7
α -氯丹	91.1	91.6	89.6	90.8	4.3
β -氯丹	89.5	95.3	95.9	93.6	4.2
灭蚊灵	93.7	92.3	93.3	93.1	5.3

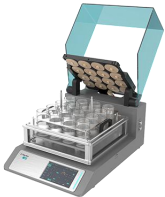
7. 解决方案的优势

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，协助实验员轻松地配制混合标准工作曲线：

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 6 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 全自动平行浓缩仪，大大地提高了样品前处理效率，真正实现解放实验室人员劳动力。

				
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