

关键词

水质；多氯联苯；GC/MS；Fotector plus；Auto EVA-20Plus

介绍

我国人均水资源严重不足，并且地表水受到严重的污染，随着社会经济的发展，人们对于水质越来越重视，广泛应用化学品多氯联苯严重威胁到地下水的水质。多氯联苯（PCBS）一类广泛存在于环境中的污染物，严重危害人类健康。PCBS存在各种水体中，其在水中含量低，种类多。固相萃取（SPE）作为一种新型的样品前处理技术已广泛应用于水中痕量有机污染物的富集浓缩，弥补了传统预处理方法费时、费力、溶剂用量大等不足，能更好地分离、富集待测有机物。

本文参考方法《GB 5749-2006地下水质量标准》和《HJ715-2014水质 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》，简要描述了利用全自动固相萃取仪结合高效气相色谱-串联质谱联用检测水中多氯联苯。

1. 仪器与试剂

Raykol Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站

Raykol Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪

Raykol Auto EVA-20Plus 全自动平行浓缩仪

Agilent 7890B 气相色谱-5977B 质谱联用仪

C18 固相萃取柱 (RayCure C18, 500 mg/6 mL, RC-204-16004)

二氯甲烷 (色谱纯); 乙酸乙酯 (色谱纯); 甲醇 (色谱纯)

无水硫酸钠: 使用前在马弗炉中 400°C 烘烤 4h

多氯联苯标准贮备液: $\rho = 1000 \text{ mg/L}$

替代物标准储备液: $\rho = 10 \text{ mg/L}$

(PCB28-2', 3', 5', 6' - d₄,

PCB114-2', 3', 5', 6' - d₄)

内标标准贮备液: $\rho = 100 \text{ mg/L}$

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进行标准工作曲线的配制。分别移取多氯联苯标准使用液 (1ppm) 和替代物使用液 (1ppm) 10 μL 、30 μL 、50 μL 、100 μL 、200 μL , 加入内标,

用正己烷定容至 1mL, 使其内标浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准工作曲线。

3. 样品前处理

3.1 前处理

取水样 1L, 加入替代物标准使用液, 混匀, 用盐酸溶液或氢氧化钠溶液调节水样的 pH 值至 5~9, 加入 5 mL 甲醇, 混匀。

3.2 净化

活化: 依次用乙酸乙酯、二氯甲烷、甲醇和超纯水各 5 mL 以 10mL/min 的速度活化 C18 固相萃取柱;

上样: 以 10mL/min 的流速上样 1L 水样;

淋洗: 用 10mL 超纯水以 10mL/min 淋洗固相萃取柱;

气推: 以 50mL/min 推速去除管路和固相萃取柱内的水分;

吹干: 调节氮气压力为 20 psi, 时间为 25 min, 干燥固相萃取柱;

洗脱: 依次用乙酸乙酯、二氯甲烷各 4mL 洗脱固相萃取柱, 并收集溶液; 详细的固相萃取过程如图 1。

收集的溶液, 用 Auto EVA-20Plus 浓缩至 1mL 以下, 加入内标, 用正己烷定容 1mL, 待测。

序号	命令	溶剂	排出	流速 (mL/min)	体积 (mL)	时间 (min)
1	活化	CH3CO2C2CH5	有机废液	3	5	2.2
2	活化	CH2Cl2	有机废液	3	5	2.5
3	活化	CH3OH	有机废液	3	5	2.1
4	活化	H2O	废水	3	5	2.1
5	大体积上样		废水	10	1010	151.8
6	淋洗	H2O	废水	10	10	1.6
7	气推		废水	50	10	1
8	清洗注射泵	CH3OH		50	2	0.4
9	清洗注射泵	CH3CO2C2CH5		10	5	1.1
10	吹干					25
11	洗脱	CH3CO2C2CH5	收集	1	4	4.5
12	暂停					5
13	洗脱	CH2Cl2	收集	1	4	4.7
14	气推		收集	30	10	1.1
15	结束					
16						

图 1. 固相萃取过程

4. 样品加标处理

在水质样品中加入 20 μL 、50 μL 、100 μL 的 1 ppm 的多氯联苯标准使用液, 然后按照 2.1~2.2 方法进行实验, 加入内标, 最后用正己烷定容至 1mL, 用来测定加标回收率。

5. 气相色谱-质谱联用仪条件

色谱柱: 30m*0.25mm*0.25 μm ; 进样口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$; 不分流进样; 柱流速: 1.0mL/min; 恒流模

式; 进样量: 1.0 μL ; 柱温: 初始温度 120 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1min, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 180 $^{\circ}\text{C}$, 以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 280 $^{\circ}\text{C}$, 保持 20 min。

电子轰击源 (EI); 四极杆温度: 150 $^{\circ}\text{C}$; 离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$; 辅助加热温度: 280 $^{\circ}\text{C}$; 扫描模式: 全扫描; 扫描范围: 45amu~450amu; 溶剂延迟时间: 5min。

6. 结果与结论

6.1 多氯联苯标样 SIM 图

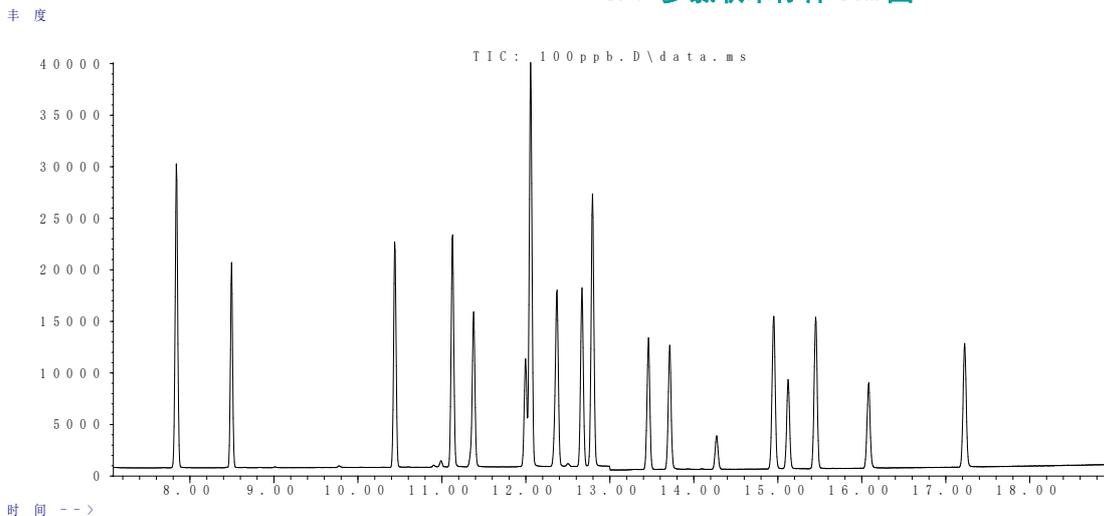


图 2. 多氯联苯标样 SIM 图

6.2 空白样品 SIM 图

丰度

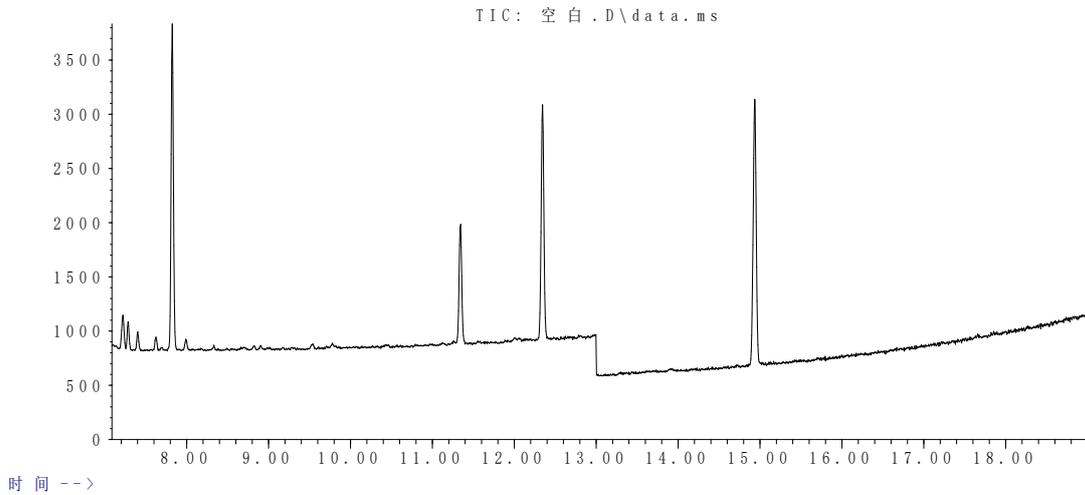


图 3. 空白样品 SIM 图

6.3 加标样品 SIM 色谱图

丰度

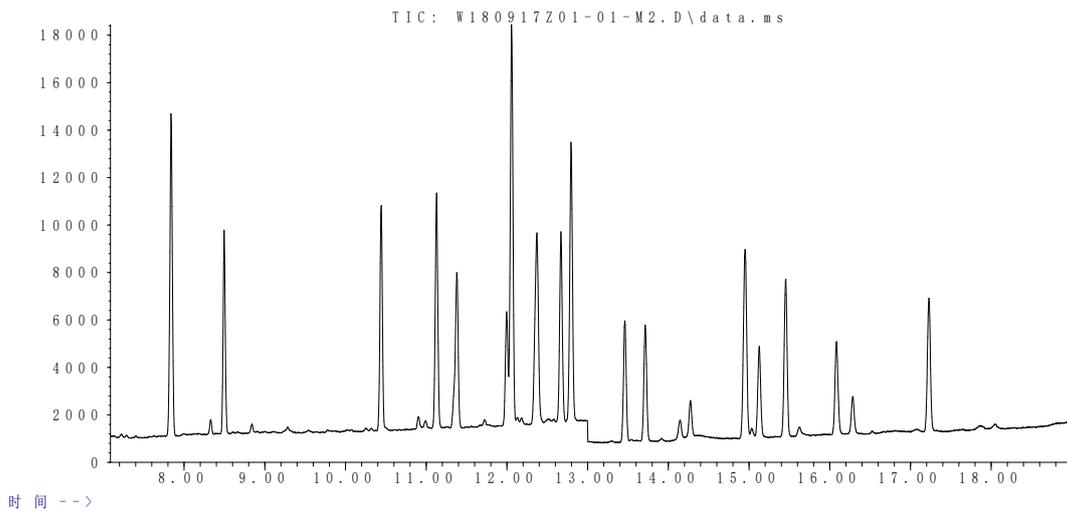


图 4. 加标样品 SIM 图

6.4 加标回收率结果

平行样的平均回收率在 71.5%~91.6%，RSD

下表为加标回收率结果，3 个加标水平，3 个 1.0%~2.5%。

序号	名称简写	回收率 (%)				
		1	2	3	Avg.	RSD (%)
1	PCB28	83.3	84.1	82.9	83.4	1.0
2	PCB28-d4	73.6	78.3	78.3	76.7	2.1
3	PCB52	85.5	83.2	87.5	85.4	1.4
4	PCB101	87.8	84.8	80.6	84.4	2.5
5	PCB81	87.0	90.6	86.9	88.2	1.5
6	PCB77	88.7	91.6	93.0	91.1	1.8
7	PCB123	88.0	94.5	92.3	91.6	2.5

8	PCB118	87.3	89.6	86.6	87.8	1.1
9	PCB114-d4	72.6	70.5	71.3	71.5	1.0
10	PCB114	91.9	87.6	90.3	89.9	1.5
11	PCB138	90.8	88.0	88.9	89.2	1.0
12	PCB105	90.7	85.8	86.9	87.8	1.9
13	PCB153	73.6	77.6	71.3	74.3	2.2
14	PCB126	76.6	71.3	75.0	74.3	1.9
15	PCB167	82.0	82.3	87.0	83.4	2.1
16	PCB156	80.1	75.8	77.9	77.9	1.4
17	PCB157	81.3	83.9	84.5	83.2	1.2
18	PCB180	80.9	79.6	83.8	81.4	1.5
19	PCB169	84.8	83.6	81.0	83.1	1.5
20	PCB189	83.1	82.3	79.6	81.7	1.0

现自动化，大大提高了仪器精度和可靠性，保证了回收率。

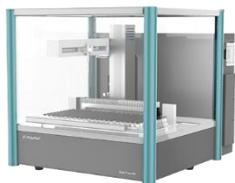
7. 解决方案的优势

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。

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

AutoEVA-20Plus 全自动平行浓缩仪可自动完成对小体积样品的快速，平行浓缩。

全自动固相萃取气质联用法测定水质中的多氯联苯实验中，睿科 Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站， Fotector plus 全自动固相萃取净化和 Auto EVA 20 plus 全自动平行浓缩仪能够高效、稳定地达到实验的要求，可以提供领域范围内的良好应用。



全自动液体样品处理工作站
标曲配制



全自动固相萃取仪
净化



全自动平行浓缩仪
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