

土壤中 20 种 SVOCs 的测定

摘要

本实验参考环境标准《HJ 834-2016 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱 - 质谱法》，建立了土壤中 20 种 SVOCs 由萃取、净化、浓缩到检测的一整套方案。

本方案使用的莱伯泰科 Flex-HPSE 全自动高效快速溶剂萃取系统能够实现自动更换萃取罐，可连续萃取，大大提高了萃取效率。可以实现自动化、高通量的萃取，净化和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差，提高实验效率。检测结果证明使用莱伯泰科的全自动高效快速溶剂萃取系统萃取，多通道平行浓缩仪浓缩和全自动固相萃取系统净化，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词:

土壤；SVOCs；快速溶剂萃取；固相萃取；浓缩；HJ 834-2016

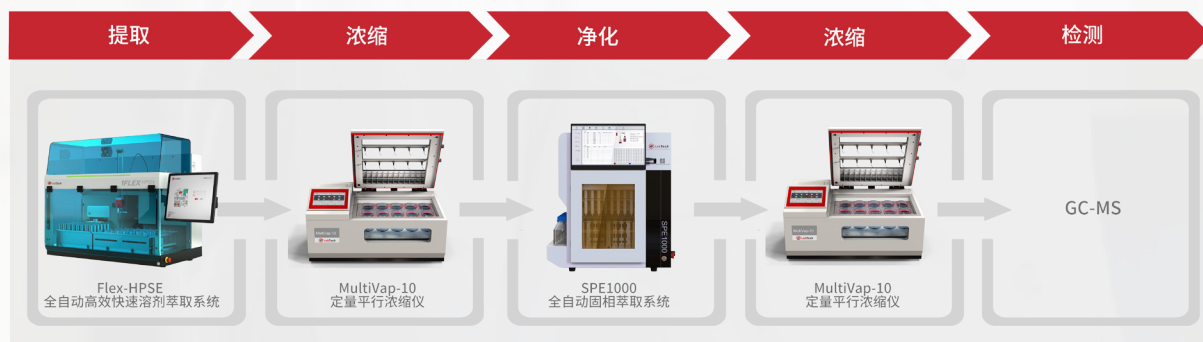
1. 仪器设备

MultiVap-10 多通道平行浓缩仪，莱伯泰科

Flex-HPSE 全自动高效快速溶剂萃取系统，莱伯泰科

SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科

7890B-5977B 气质联用仪，安捷伦



2. 标准溶液配制

取苯胺 0.01g (精确至 0.001g) 加二氯甲烷溶解，转移至 10mL 容量瓶中，定容至 10mL，为苯胺标准储备液，浓度为 1mg/mL；

取苯酚 0.01g (精确至 0.001g) 加二氯甲烷溶解，转移至 10mL 容量瓶中，定容至 10mL，为苯酚标准储备液，浓度为 1 mg/mL；

取硝基苯 0.01g (精确至 0.001g) 加二氯甲烷溶解，转移至 10mL 容量瓶中，定容至 10mL，为硝基苯标准储备液，浓度为 1mg/mL；

取上述三种储备液各 1mL 于 10mL 容量瓶中，二氯甲烷定容至 10mL，为标准使用液 1，各目标物均为 100 μ g/mL；

取多环芳烃标准溶液 1mL，至 10mL 容量瓶，二氯甲烷定容，为标准使用液 2，浓度为 20 μ g/mL；

3. 样品前处理

称取 10g 样品、9g 硅藻土，研磨混匀填入罐，按表 1 方法萃取。萃取液收集到 50-1mL 浓缩杯中。

将浓缩杯置于 MultiVap-10 多通道平行浓缩仪中，浓缩温度 30℃，压力 1psi，浓缩至 5mL 左右，转移浓缩液至 20mL 样品瓶中，待净化。

按照表 2 所示的方法进行 SPE1000 方法编辑，并加载方法到相应通道，进行样品的固相萃取。收集洗脱液到收集瓶中，转移洗脱液至 50mL 浓缩杯中，按照浓缩温度 30℃，压力 1psi 条件浓缩至 1mL，待 GC-MS 分析。

表 1 固相萃取方法 (FL 柱，保留干扰物模式)

序号	步骤	溶剂	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	活化	丙酮 + 正己烷 1+1	6	3	2
2	活化	正己烷	4	3	2
3	洗针	正己烷	/	/	/
4	上样	/	5	1	0
5	洗针	正己烷	/	/	5
6	清洗样品瓶	丙酮 + 正己烷 1+1	3	1	2
7	淋洗	丙酮 + 正己烷 1+1	8	1	30

表 2 Flex-HPSE 萃取条件

萃取罐体积 /mL	34	萃取温度 /°C	100
压力 /MPa	10.34	加热平衡时间 /min	3
循环次数 / 次	2	静态萃取时间 /min	6
冲洗体积 /%	40	氮吹时间 /s	60
萃取溶剂	丙酮：二氯甲烷 1：1		

4. 仪器条件

色谱柱：HP-5ms (30m*0.32mm*0.25μm) ；

扫描方式：选择离子扫描 (SIM) 。

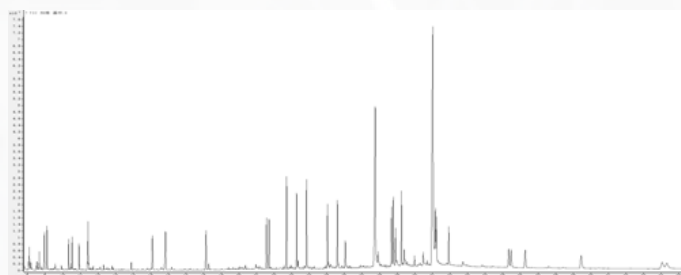


图 1 标品色谱图

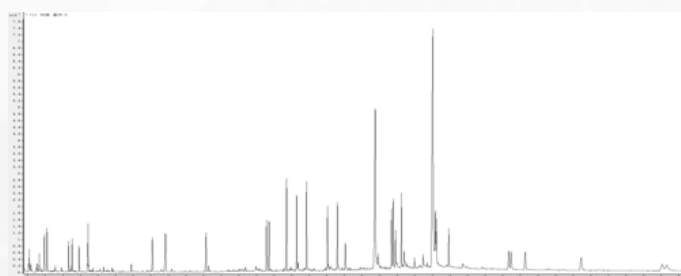


图 2 样品加标色谱图

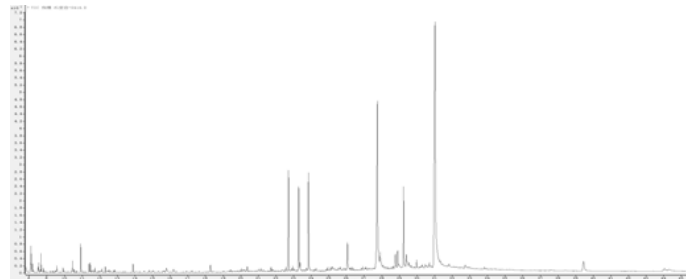


图 3 样品加标色谱图

5. 结论

通过莱伯泰科全自动高效快速溶剂萃取系统 Flex-HPSE 提取、SPE1000 全自动固相萃取系统净化，MultiVap-10 多通道平行浓缩仪浓缩进行土壤中 20 种 SVOCs 物质的前处理，经 GC-MS 分析，样品的加标回收率在 51.4~104.3%，RSD 在 4.4~16.1%。

6. 方案特点

加压流体萃取 - 固相萃取法测定土壤中 20 种 SVOCs 这一实验中，50mL 浓缩杯兼容 Flex-HPSE 和 MultiVap-10，中间无需转移，有效减少目标物损失，提高样品回收率。莱伯泰科 Flex-HPSE 全自动高效快速溶剂萃取系统、MultiVap-10 多通道平行浓缩仪、SPE1000 全自动固相萃取系统可以快速、稳定地达到实验的要求，能够提供领域范围内的良好应用。

参考文献：1、HJ 834-2017 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱 - 质谱法
2、GB36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号