

固相萃取法用于土壤多氯联苯类化合物的测定

1 前言

多氯联苯是一种典型的具有持久性的有机污染物，在大气、水和土壤等环境中广泛存在，对人体有着直接的影响。多氯联苯在各个领域中曾经广泛应用，由于其会损害人体的免疫系统，影响皮肤、神经、肝脏，也会破坏钙的代谢，给骨骼和牙齿带来一定的损害，同时属于致癌物质，极大的威胁了人们的身体健康，加强对土壤中多氯联苯的监测分析，可以有效降低危害和影响。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

SPE400 全自动机械臂固相萃取仪

1.2 试剂及耗材

正己烷、正己烷+丙酮 (9+1)

佛罗里硅土固相萃取小柱 (1g/6mL)

石墨碳柱 (1g/6mL)

3 实验方法

3.1 佛罗里硅土固相萃取小柱净化

过程	试剂名称	用量	速度	等待时间	氮吹时间	空气助推	次数
活化	正己烷	8mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
上样		2mL	2mL/min	60s	0s	1mL	1
润洗上样	正己烷	2mL	80mL/min	0s	0s	5mL	2
洗脱	正己烷+丙酮 (9+1)	2mL	2mL/min	60s	0s	1mL	1
洗脱	正己烷+丙酮 (9+1)	8mL	2mL/min	0s	30s	5mL	1

3.2 石墨碳固相萃取小柱净化

过程	试剂名称	用量	速度	等待时间	氮吹时间	空气助推	次数
活化	正己烷	10mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
上样		2mL	2mL/min	0s	0s	2mL	1
润洗上样	正己烷	2mL	80mL/min	0s	0s	5mL	2
洗脱	甲苯	2mL	2mL/min	60s	0s	1mL	1
洗脱	甲苯	10mL	2mL/min	0s	30s	5mL	1

4 结果与讨论

使用固相萃取法净化土壤中多氯联苯类物质，整个净化过程实现自动化，减少人力的消耗，且实验过程中使用的有机溶剂采用密封处理，降低了对人体的伤害且仪器能精准的控制活化、上样、洗脱等溶剂流速和国标中对实验过程的要求，使净化环节变的更为简单高效。

注意事项

1、样品中存在杀虫剂或者氯化氢类化合物干扰时，选择佛罗里硅土小柱净化；存在明显的色素干扰时，使用石墨碳固相萃取小柱净化。

2、佛罗里硅土小柱上样时，样品溶液需要在小柱中停留 1min，故需设置 60s 的等待时间，以及减少此步骤中的空气助推。

3、佛罗里硅土小柱的洗脱步骤中，先加入 2mL 的洗脱液在小柱内停留 1min，收集后继续加入 8mL 相同的洗脱液，收集 10mL 洗脱液于收集管。石墨碳小柱洗脱时也参考此操作流程。

参考文献

[1] HJ 743-2015 土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法