

固相萃取法用于土壤多环芳烃类化合物的测定

1 前言

多环芳烃是煤、石油、木材、烟草、有机高分子化合物等有机物不完全燃烧时产生的挥发性碳氢化合物，是重要的环境和食品污染物。多环芳烃性质稳定，在环境中难以降解，可在生物体内蓄积，具有“致癌、致畸、致突变”效应。近年来，环境保护部门要求各地对全国农村土壤质量和场地土壤污染状况展开调查，其中有机污染物主要包括多环芳烃，因此选择和建立合适的多环芳烃分析方法尤为重要。本文用固相萃取法对土壤中多环芳烃类化合物的整个检测过程中的净化环节进行了实验。

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

二氯甲烷、正己烷、二氯甲烷+正己烷（1+9）、二氯甲烷+正己烷（1+1）

硅酸镁固相萃取小柱（1g/6mL）

3 实验方法

3.1 固相萃取小柱净化（气相法）

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	二氯甲烷	4mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
	正己烷	5mL	2mL/min	300s	0s	0mL	1
	正己烷	5mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
上样		2mL	2mL/min	0s	0s	2mL	1
润洗上样	正己烷	1mL	80mL/min	0s	0s	0mL	2
洗脱	二氯甲烷+正己烷 (1+9)	5mL	2mL/min	120s	0s	0mL	1
洗脱	二氯甲烷+正己烷 (1+9)	5mL	2mL/min	0s	30s	5mL	1

3.2 固相萃取小柱净化（液相法）

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	二氯甲烷	4mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
	正己烷	10mL	2mL/min	300s	0s	2mL	1
上样		1mL	2mL/min	0s	0s	2mL	1
润洗上样	正己烷	1mL	60mL/min	0s	0s	2mL	3
洗脱	二氯甲烷+正己烷 (1+1)	10mL	2mL/min	300s	60s	2mL	1

4 结果与讨论

使用固相萃取法净化土壤中多环芳烃类物质，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、活化步骤的流速保持适中，保证活化液充分湿润吸附剂即可。上样和洗脱过程流速应当适当慢一些，以使目标物尽量多的保留在柱内以及最后可以完全将其洗脱。
- 2、活化步骤中国标要求加入活化液后让其在小柱内保持浸润 5min，可通过设置相同的等待时间及合适的活化速度来达到相似的浸润效果。
- 3、润洗上样中 80mL/min 的润洗速度可实现喷淋润洗，减少样品溶液的残留比。
- 4、最后一步洗脱时在保证实验效率的基础上，需要设置足够的空气助推和氮吹，以保证将洗脱液最大程度的收集。
- 5、气相和液相检测过程所用的固相萃取净化方法的试剂种类完全相同，用量及步骤也大体相似，最大的不同在于两种方法用的两种洗脱试剂的配比有所不同。在后续检测设备的选择和两种洗脱试剂的配比上要稍加注意。

参考文献

- [1]HJ 805-2016 土壤和沉积物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- [2]HJ 784-2016 土壤和沉积物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法