

萃取环境样品中的多氯联苯(PCBs)和八氯苯乙烯(OCS)

相关行业:环保、化工

多氯联苯、八氯苯乙烯等多氯芳香族化合物对土壤的污染主要来源于工业活动。由于这些化合物的持久性、毒理学和生物积累，它们经常在环境固体样品中被检测到。采用微波萃取法进行了分析，并与传统方法进行了比较。



图 1: Multiwave 5000

1 简介

萃取在加压微波萃取系统Multiwave 3000 (8SOLV转子和有机安全单元)上进行的，它是目前型号Multiwave5000的前身。使用16SOLV转子和有机安全模块SOLV，该方法也适用于Multiwave5000。

采用气相色谱-质谱法(Hewlett-Packard, HP6890, HP5973)对所研究的6种多氯联苯(PCBs)和多氯代芳香族化合物(OCS)进行了测定。

通过PCB 209内部标准化完成校准。

2 实验

2.1 样品

称取300 - 500 mg下列样品¹:

- BCR 392 -污水污泥
- 工业土壤-自然污染

2.2 萃取溶剂

- 溶剂1: 20 mL环己烷-丙酮,6:4(v/v), 用于污水污泥
- 溶剂2: 25 mL正己烷-丙酮,7:3(v/v), 用于八氯苯乙烯工业土壤

| | Temp. [°C] | Ramp [mm:ss] | Hold [mm:ss] | Fan |
|---|------------|--------------|--------------|-----|
| 1 | 120 | --- | 25:00 | 1 |
| 2 | 55 | --- | 11:00 | 3 |

表 1: 萃取溶剂1温度程序

| | Temp. [°C] | Ramp [mm:ss] | Hold [mm:ss] | Fan |
|---|------------|--------------|--------------|-----|
| 1 | 120 | 02:00 | 20:00 | 1 |
| 2 | 55 | --- | 11:00 | 3 |

Table 2: 萃取溶剂2温度程序

2.3 测量

采用对应萃取溶剂的萃取程序,得到了有色萃取物。通过离心分离萃取物。

采用柱色谱层析法对样品进行了适当的筛选,通过旋转蒸发仪对样品进行了浓缩,用500ul环己烷复溶浓缩物。表1和表2显示了每个样本的相应结果。

3 Results

| Compound | Certified Value (ng g ⁻¹) | Found Value Microwaves (ng g ⁻¹) |
|----------|---------------------------------------|--|
| PCB 28 | 100 ± 10 | 88.3 ± 15.5 |
| PCB 52 | 79 ± 9 | 81.0 ± 14.0 |
| PCB 101 | 134 ± 11 | 132.4 ± 9.2 |
| PCB 153 | 288 ± 18 | 275.3 ± 15.4 |
| PCB 180 | 313 ± 24 | 302.8 ± 10.5 |

表 3: BCR 392 (n=3)

| Compound | Found Value Soxhlet ² (ng g ⁻¹) | Found Value Microwaves (ng g ⁻¹) |
|-------------------|--|--|
| Octachlorostyrene | 201.7 ± 13.9 | 201.4 ± 7.8 |
| PCB 28 | 349.5 ± 22.8 | 308.0 ± 17.3 |
| PCB 52 | 389.2 ± 21.7 | 357.7 ± 7.0 |
| PCB 101 | 279.8 ± 37.2 | 266.2 ± 22.2 |
| PCB 138 | 471.9 ± 107.1 | 422.2 ± 29.8 |
| PCB 153 | 380.9 ± 129.4 | 346.6 ± 47.1 |
| PCB 180 | 316.5 ± 141.4 | 306.7 ± 63.6 |

表 4: Industrial Soil (n = 8)

4 结论

结果证实了快速有效的微波加热萃取与灵敏GC-MS分析方法结合可以缩短整个分析过程,主要是微波萃取时间短,并且能同时萃取多个样品,与需要耗时24小时的索氏萃取相比为实验室高通量处理节省大量时间。另一方面,小型实验室可在一台设备上同时完成无机和有机的样品制备。

反应管和转子的独特设计, Multiwave 5000可以用于精确微量元素测定的酸消解,也可用于高效、多功能的溶剂萃取。通过磁性搅拌器辅助,可提高萃取效率,同时缩短反应时间。

5 参考文献

[1] M. Gfrerer et al., *Chromatographia*, **2001**, 53, 442-446

[2] DIN 38414-20, German Standard Method for Water, Wastewater and Sludge Analysis (Group S), Part 20: Determination of 6 polychlorinated biphenyls (PCB), 1996

Contact Anton Paar GmbH

Tel: +43 316 257-0

asc@anton-paar.com | www.anton-paar.com