

水中多氯联苯的测定

摘要

本方案参考《HJ 715-2014 水质 多氯联苯的测定 气相色谱 - 质谱法》和《HJ 902-2017 环境空气 多氯联苯的测定 气相色谱 - 质谱法》，使用 SPE 1000 全自动固相萃取系统富集、MultiVap-10 多通道平行浓缩仪进行浓缩，并采用 GC-MS 检测，建立了一套水中多氯联苯的测定方法。该方案可以实现自动化、高通量的净化和浓缩，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。检测结果证明使用莱伯泰科的全自动固相萃取净化、多通道平行浓缩仪浓缩，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：

水质；多氯联苯；固相萃取；浓缩；HJ 715-2014；HJ 902-2017

1. 仪器设备

MultiVap-10 多通道平行浓缩仪，莱伯泰科

SPE 000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科

A91PlusGC-7700MSD 气质联用仪，安益谱



2. 样品前处理

2.1 量取 1000mL 水样，用盐酸溶液或氢氧化钠溶液调节 pH 值为 5~9，依次加入 20mL 甲醇、5g 氯化钠及 50 μ L 替代物工作液，混匀。

2.2 按照表 1 进行 SPE1000 固相萃取方法编辑，并加载方法到相应通道，进行样品的固相萃取。

2.3 收集的洗脱液先加入 5mL 正己烷，然后用适量无水硫酸钠除水，最后于 MultiVap-10 多通道平行浓缩仪上 30°C、1psi 氮吹浓缩至 1mL 以下，加入 50 μ L 内标工作液后用正己烷定容至 1mL，进 GC-MS 分析。

表 1 固相萃取条件 (保留目标物模式)

序号	步骤	溶剂	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	活化	二氯甲烷	10	3	0
2	活化	甲醇	10	3	0
3	活化	水	10	3	0
4	上样	/	1000	5	10
5	洗针	/	/	/	/
6	洗脱	丙酮	3	2	30
7	洗脱样品瓶	二氯甲烷	10	2	0
8	洗脱样品瓶	二氯甲烷	10	2	120

3.GC-MS 仪器条件

3.1 色谱柱: Agilent DB-5ms 毛细管柱: 30 m *250 mm*0.25 μm;

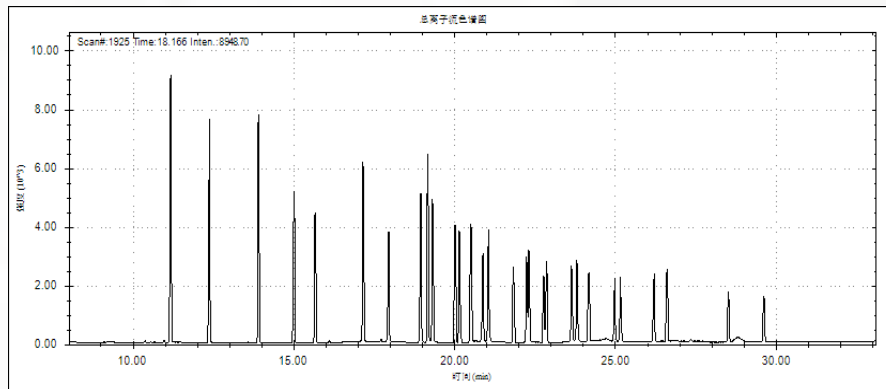


图 1 多氯联苯总离子流色谱图

3.2 检测方式: sim。

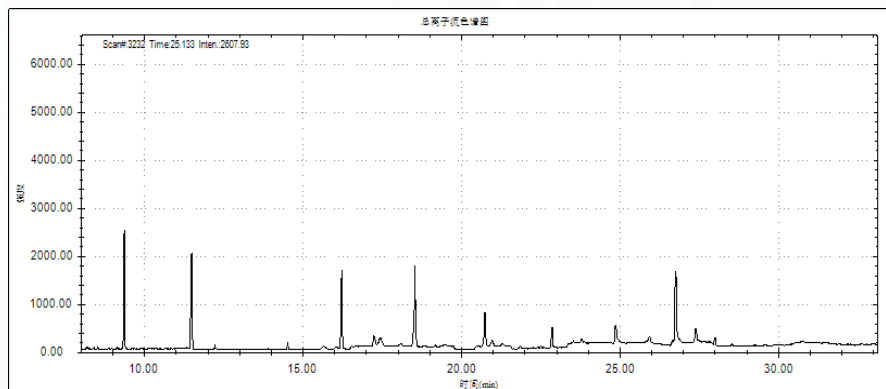


图 2 空白水样选择离子流色谱图

4. 结论

本方案建立了大体积水样中多氯联苯的固相萃取 - 气相色谱质谱分析方法，该方法测定 1000mL 样品中多氯联苯加标 100ng 时，加标回收率为 74.7%~105.7%，重复性 RSD 为 3.5%~7.3%，具有良好的重复性和稳定性，适用于大体积水样中多氯联苯的萃取富集。

5. 方案特点

前处理净化过程采用莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统，连续、稳定的陶瓷泵进样系统可以有效缩短上样时间，同时确保活化、洗脱、上样流速稳定可控；自动喷淋模块可有效降低目标物粘壁，确保实验结果准确、可重复、无上样管路交叉污染；莱伯泰科全自动固相萃取系统搭配氮吹浓缩仪，二者收集瓶可兼容使用，操作连贯简便，简化实验过程。

参考文献：HJ 715-2014 水质 多氯联苯的测定 气相色谱 - 质谱法
HJ 902-2017 环境空气 多氯联苯的测定 气相色谱 - 质谱法

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