

## 关键词

固体废物；多环芳烃；液体样品处理工作站；加压流体萃取仪；Fotector Plus；MPE

## 介绍

迄今为止，在自然环境及食品污染物中发现有200多种多环芳烃（PAHs）。其中多数具有致癌性，如苯并(a)芘，苯并[A]蒽等。生态环境部于2018年7月29日批准《HJ 950-2018 固体废物 多环芳烃的测定气相色谱-质谱法》。本标准中规定了测定固体废物及其浸出液中16种多环芳烃的气相色谱—质谱法。

本实验参考方法《HJ950-2018固体废物多环芳烃的测定气相色谱-质谱法》和《HJ 783-2016土壤和沉积物有机物的提取加压流体萃取法》，简要介绍了使用睿科HPFE高通量加压流体萃取仪提取固体废物中的16种多环芳烃，Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪净化，MPE高通量真空平行浓缩仪浓缩后用气质联用仪进行检测的解决方案。该方法简便、回收率较高且平行性良好，适用于固体废物中16种多环芳烃的检测。

## 1. 仪器与试剂

### 仪器

Raykol Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站；

Raykol HPFE 高通量加压流体萃取仪；

Raykol Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪；

Raykol MPE 高通量真空平行浓缩仪；

Agilent 7890B 气相色谱-5977A 质谱联用仪；

### 耗材

弗罗里硅土固相萃取柱 (RayCure Florisil, 1 g/6 mL, RC-204-16945)；

### 试剂

内标贮备液 (5000 mg/L, 溶剂为正己烷)；

丙酮 (色谱纯)；正己烷 (色谱纯)；

16 种多环芳烃标准储备液 (2000 mg/L, 溶剂为正己烷)；

硅藻土 (置于马弗炉中 400 °C 烘 4h, 冷却后贮于玻璃瓶中于干燥器内保存)；

无水硫酸钠 (西陇)。

## 2. 标准溶液的配制

使用 Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站进行标准工作曲线的配制。用正己烷配制多环芳烃和替代物的质量浓度均分别为 0.1 µg/ mL、0.2 µg/ mL、0.3 µg/ mL、0.5µg/ mL、1µg/ mL, 内标质量浓度均为 0.2µg/ mL 的混合标准工作曲线。

## 3. 样品前处理

### 3.1 提取

取固体废物试样 10 g, 加入适量硅藻土充分搅拌均匀, 装填至 22 mL 的萃取池, 同样方法装填好六个萃取池。将装好样品置于 HPFE 中 (同时萃取六个样品), 萃取溶剂为正己烷-丙酮 (1: 1, 体积比) 混合溶液, 系统压力 10 Mpa, 萃取温度 100°C, 静态萃取时间 5 min, 萃取吹扫时间为 1 min, 冲洗体积为萃取池体积 60%, 冲洗时间为 20s。循环运行两次, 收集萃取液, 用无水硫酸钠去除水分。

### 3.2 浓缩

将收集后的萃取液置于 MPE 高通量真空平行浓缩仪中, 浓缩温度 40 °C, 浓缩过程中使用正己烷转溶, 最后置换溶剂为正己烷, 样品体积浓缩在 2 mL 左右。

### 3.3 净化

1. 清洗样品通道: 先用正己烷和丙酮 (9: 1) 混合液清洗上样针。

2. 活化: 采用 Florisil 小柱 (1g /6 mL) 进行净化。小柱首先采用 5 mL 正己烷-丙酮 (9: 1) 进行清洗, 紧接着以正己烷进行活化。

3. 上样: 采用 1 mL/min 的流速进行上样, 收集溶液。

4. 清洗样品瓶: 用正己烷清洗样品瓶, 收集溶液。

5. 淋洗: 用 8mL 正己烷-丙酮 (9: 1) 混合溶液淋洗固相萃取小柱。

6. 将收集液用 MPE 高通量真空平行浓缩仪至 0.5mL, 加入内标, 用正己烷定容至 1mL, 待测样品进行气质检测。详细的净化步骤如下:

序号	命令	溶剂	排出	流速 (mL/min)	体积 (mL)	时间 (min)
1	清洗样品通道	丙酮: 正己烷1: 9				2.9
2	活化	丙酮: 正己烷1: 9	有机废液	1	5	5.5
3	活化	C6H14	有机废液	1	5	5.4
4	上样		收集	1	2	2.4
5	清洗样品瓶	C6H14	收集	80	3	3.8
6	洗脱	丙酮: 正己烷1: 9	收集	1	4	4.4
7	洗脱	丙酮: 正己烷1: 9	收集	1	4	4.4
8	气推		收集	30	10	1.1
9	结束					
10						

图 1. 净化方法

#### 4. 样品加标处理

在固体废物样品中加入 10  $\mu$ L、30  $\mu$ L、50  $\mu$ L 的多环芳烃标准液，然后按照 4.1~4.3 方法进行实验，加入内标，最后用正己烷定容至 1mL，用来测定加标回收率。

#### 5. 气相色谱-质谱联用仪条件

表 1. 气相色谱-质谱联用仪条件

柱子	30m*0.25mm*0.25 $\mu$ m
进样口温度	280 $^{\circ}$ C
柱流量	1 mL/min
进样量	1 $\mu$ L
柱温	80 $^{\circ}$ C保持 2min, 以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 180 $^{\circ}$ C, 保持 5min, 以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 290 $^{\circ}$ C, 保持 5min
辅助加热温度	290 $^{\circ}$ C
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
四级杆温度	150 $^{\circ}$ C
模式	全扫描
扫描范围	45amu~450amu
溶剂延迟	5 min

#### 6. 结果与结论

表 2. 加标样品回收率

化合物	回收率 (%)				
	1	2	3	Avg.	RSD (%)
菲	93.5	94.2	92.6	93.4	4.9
萘	77.9	78.3	73.8	76.7	6.5

萘烯	82.7	78.9	80.2	80.6	7.9
萘	82.1	84.3	77.7	81.4	6.2
芴	65.4	67	73.6	68.7	6.4
蒽	93.4	88.1	93.2	91.6	5.5
荧蒽	81.2	78.4	84.9	81.5	5.4
屈	88.6	88.2	84.1	87.0	3.6
芘	85.8	88.5	75.3	83.2	4.5
苯并(a)蒽	95.3	101.8	98.3	98.5	4.3
苯并(b)荧蒽	92.5	91.5	88.4	90.8	3.6
苯并(k)荧蒽	85.8	93.6	92.5	90.6	4.6
苯并(a)芘	87.2	93.5	85.3	88.7	5.5
茚并(1, 2, 3-cd)芘	81.5	77.6	86.9	82.0	5.3
二苯(a, h)并蒽	92.7	93	94.1	93.3	5.2
苯并(g, h, i)芘	94.8	89.3	97.6	93.9	5.3

## 7. 解决方案的优势

睿科 Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站可实现标准品的全自动化配制，协助实验员轻松地配制混合标准工作曲线；

采用睿科 HPFE 高通量加压流体萃取仪作为土壤提取的必备装置，可在 30 min 同时萃取六个样品，按照工作时间 8 个小时，日处理量可达 96 个，仪器操作简单，可通过触摸屏控制，一键运行，新进实验室人员可以马上入手操作，仪器有四种溶剂，可按照不同的比例进行抽取，无需人工配制。

Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪能同

步进行 6 个样品处理，自动连续处理 60 个样品，从活化、上样、淋洗到洗脱等多种基础命令全部实现自动化，大大提高了仪器精度和可靠性，保证了回收率。

MPE 真空平行浓缩仪半小时可浓缩 16 个大体积样品，小体积可浓缩 32 个样品，大大地提高了样品前处理效率。

一系列自动化样品前处理解决方案大大提高了工作效率，实现了解放实验室工作人员劳动力。

全自动液体样品处理工作站	高通量加压流体萃取仪	高通量真空平行浓缩仪	全自动固相萃取仪	高通量真空平行浓缩仪
标曲配制	萃取	预浓缩	净化	浓缩



睿科集团股份有限公司  
RayKol Group Corp., Ltd.

## 自动化样品前处理解决方案领先供应商

网址: [www.raykol.com](http://www.raykol.com)

电话: 400-885-1816

邮箱: [info@raykol.com](mailto:info@raykol.com)



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020年5月版