

Определение содержания полихлорированных дифенилов в почве



Этот документ ссылается на "НУ 743-2015 Определение ПХД в почве и донных отложениях, ГХМС". В системе ацетон-н-гексан (1+1), после экстракции с использованием жидкостного экстрактора под давлением HPFE, после концентрирования до 1 мл с использованием вакуумного испарителя MPE, далее - экстрактор Fotector Plus (полностью автоматизированы процессы кондиционирования картриджа ТФЭ, загрузки образца, промывки, элюирования), далее собранная жидкость затем концентрируется с помощью упаривателя в токе азота EVA 80. После замены растворителя и упаривания до конечного объема, проводится анализ с помощью газового хроматографа с масс-спектрометрическим детектором.

Оборудование	Raykol Fotector Plus Высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции
	Raykol HPFE высокопроизводительный экстрактор жидкости под давлением
	Raykol MPE высокопроизводительный вакуумный параллельный концентратор
	Raykol Auto EVA 80 Высокопроизводительный автоматический параллельный концентратор
	GC-MS, Газовый хроматомасс-спектрометр
Материалы	Картридж для ТФЭ: силикагель (RayCure Silica, 1г/6мл, кат № RC-204-16845)
	Картридж ТФЭ: силика Florisil (RayCure Florisil, 1г/6мл, кат № RC-204-16945)
	Картридж для ТФЭ: RayCure GCB, 1г/6мл, кат № RC-204-68305
Реагенты	Н-гексан, ацетон; безводный сульфат натрия (высший сорт)

Предварительная обработка образца

1 Извлечение

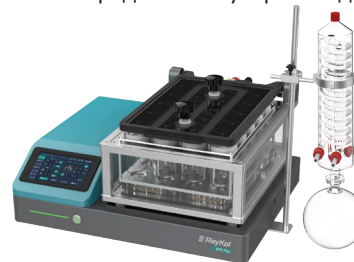
Взвесьте 10 г просеянной пробы почвы, добавьте диатомовую землю, перемешайте и насыпьте в емкость для экстракции объемом 34 мл. Образцы поместите в HPFE, экстрагируйте дважды за цикл, соберите экстракт и удалите влагу безводным сульфатом натрия.



Высокопроизводительный жидкостный экстрактор под давлением серии HPFE

2 Концентрирование

После упаривания до 1 мл, добавьте 10 мл н-гексана и продолжайте упаривать до 1 мл



Высокопроизводительный вакуумный параллельный концентратор серии MPE

3 Очистка

Картридж для ТФЭ :

Florisil (RayCure, 1 г/6 мл) активированный н-гексаном
Очистите флакон с образцом
Ацетон: н-гексан (1:9)
Полоскание :
Ацетон: н-гексан (1:9)



Высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции Fotector Plus

4 Концентрирование

Используйте н-гексан. концентрирование в токе азота, далее анализируйте методом GC-MS



Auto EVA 80 высокопроизводительный автоматизированный упариватель в токе азота

Условия анализа

Колонка	HP-5MS 60м*0.25мм*0.25мкм
Температура инжектора	280 °C
Скорость потока	1 мл/мин
Объем инъекции	1 мкл
Начальная температура	110 °C, в течение 2 мин.
Подъем температуры	скорость 6 °C/мин. до 290 °C, выдержка 3 мин.
Продувка	0.75 мин, 60 мл/мин., 2 мин, 20 мл/мин.
Температура ионного источника	280 °C
Температура интерфейса	230 °C
Температура квадруполя	150 °C
Режим	SIM
Напряжение (ЕМ)	1654
Задержка на время выхода растворителя	4.5 мин.

Результаты и обсуждение

После экстракции образца высокопроизводительным жидкостным экстрактором под давлением от Raykol HPFE, экстракт был очищен с помощью системы ТФЭ Fotector Plus. Стандартная кривая matrix plus использовалась для расчета общей степени извлечения. Общая средняя степень извлечения составила от 77,67 до 106,01%, а RSD составляет менее 7,2 (n=4), что соответствует требованиям стандартов по экстракции и соответствует требованиям документа "НД 743-2015 Определение полихлорированных дифенилов в почве и донных отложениях газовой хроматографией/масс-спектрометрией", степень извлечения и RSD приведены в таблице 4. :

Таблица 1 Степень извлечения и относительное стандартное отклонение каждого компонента (n=4)

Компонент	Время, мин.	Концентрация мг/кг	Ср. коэфф. извл. (%)	RSD
2-хлорбифенил	16.314	20	77.67	4.7
2,3-дихлорбифенил	20.251	20	86.27	3.2
2,4,5-трихлорбифенил	22.837	20	88.82	6.5
2,2',4,4'-тетрахлорбифенил	24.726	20	93.41	3.3
2,2',3,4,6-пентахлорбифенил	26.762	20	93.8	7.2
2,2',4,4',5,6-гексахлорбифенил	28.38	20	101.43	5.3
2,2',3',4,4',6-гептахлорбифенил	32.249	20	103.15	1.2
2,2',3,3',4,5,6,6'-октахлорбифенил	32.134	20	106.01	3.9

Итоги

В этом эксперименте система ТФЭ от Raykol Fotector Plus использовалась для подготовки проб для определения содержания ПХД в почве и донных отложениях методом ГХМС. Степень извлечения и RSD соответствуют требованиям стандарта НД 743-2015. Определение проводили в соответствии с документом НД 743-2015.

Высокопроизводительный жидкостный экстрактор при повышенном давлении HPFE, является незаменимым устройством для извлечения

Вакуумный испаритель MPE может концентрировать 16 образцов большого объема и 36 образцов малого объема. Высокопроизводительный автоматический твердофазный экстрактор Fotector Plus Стадии кондиционирования картриджа ТФЭ

Игла в упаривателе в токе азота Auto EVA 80 может автоматически опускаться следуя за с уровнем жидкости, и весь процесс проходит на оптимальном концентр , что позволяет завершить концентрирование быстро и ременно. Полностью автоматизированный процесс снижает нагрузку на персонал лаборатории.