

Определение хлорорганических пестицидов в почве

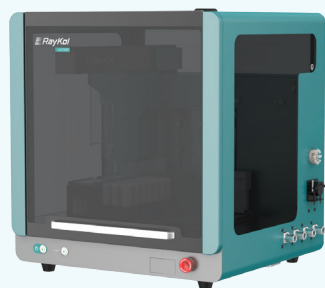


Данная статья кратко описывает извлечение 15 хлорорганических пестицидов из почвы с использованием высокопроизводительного экстрактора под давлением HPFE от Raykol, высокопроизводительного экстрактора Fotector Plus. в соответствии с методиками "НД 835-2017 Определение хлорорганических пестицидов в почве и отложениях методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии" и "НД 783-2016 Извлечение органических веществ из почвы и отложений методом жидкостной экстракции под давлением". Метод является простым, с высокой степенью извлечения и хорошей сходимостью, подходит для определения 15 хлорорганических пестицидов в почве.

Оборудование	Raykol AP 300 Полностью автоматизированная рабочая станция для обработки жидких образцов
	Raykol HPFE Высокопроизводительный экстрактор жидкости под давлением
	Raykol MPE Высокопроизводительный вакуумный параллельный концентратор
	Raykol Fotector Plus Высокопроизводительный автоматический твердофазный экстрактор
Расходные материалы	Газовый хромато-масс-спектрометр (моноквадрупольный)
	ТФЭ колонка Florisil (RayCure Florisil, 1г/6мл, RC-204-16945)
Реактивы	Стандартный раствор 15 хлорорганических пестицидов (1ppm, растворитель - гексан)
	Ацетон (хроматографически чистый); н-гексан (хроматографически чистый)
	Кизельгур (помещают в муфельную печь на 4 часа при 400°C, охлаждают и хранят в стеклянной бутылки в эксикаторе), безводный сульфат натрия

Предварительная обработка образца

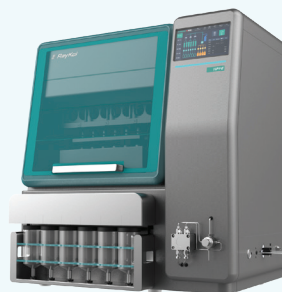
Приготовление стандартного раствора



AP 300 Автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб

Рабочая станция для обработки жидких проб AP 300 может использоваться для приготовления смешанных стандартных рабочих растворов. Используйте раствор н-гексана для приготовления стандартных растворов хлорорганических пестицидов и суррогатов с концентрацией 50 мкг/л, 100 мкг/л, 200 мкг/л, 500 мкг/л и 1000 мкг/л, и добавьте соответствующее количество раствора внутреннего стандартного образца, чтобы концентрация в стандартном растворе достигла 200 мкг/л.

Экстракция



HPFE Высокопроизводительный жидкостный экстрактор при повышенном давлении

Возьмите 20 г измельченного и просеянного образца почвы, добавьте соответствующее количество кизельгура, равномерно перемешайте, загрузите в экстракционную емкость объемом 34 мл и таким же образом заполните все шесть экстракционных емкостей. Проведите 2 цикла экстракции, соберите экстракт и удалите воду безводным сульфатом натрия.

Концентрирование



MPE Plus Высокопроизводительный параллельный вакуумный концентратор

Пробирку для сбора поместите в автоматический вакуумный параллельный концентратор MPE с температурой концентрирования 40°C. В процессе концентрирования используйте н-гексан для транс-растворения, и как окончательный замещающий растворитель, сконцентрируйте образец до примерно 2 мл.

Очистка



Fotector Plus Высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции

- Очистка — Чтобы очистить канал для образца, сначала промойте иглу н-гексаном и ацетоном (9:1).
- Активация — Обогащение и очистку проведите на колонке Florisil (1g/6mL). Промойте ацетоном (9:1), затем активируйте гексаном
- Загрузка образца — Загрузите образец при скорости потока 0,5 мл/мин и соберите раствор
- Очистка — Промойте пробирку н-гексаном и соберите раствор.
- Элюирование — Используйте небольшую 8 мл колонку с н-гексаном и ацетоном (9:1).
- Концентрирование — Концентрируйте собранный раствор до 0,5 мл с помощью высокоэффективного параллельного вакуумного концентратора МРЕ, добавьте 20 мкл раствора внутреннего стандарта 10 мкг/мл, разбавьте до 1 мл н-гексаном и проводите анализ образца.

Подготовка проб

В образцы почвы добавляли 100 мкл, 300 мкл и 500 мкл стандартного раствора 1 ppm хлорорганических пестицидов, затем добавляли 20 мкл раствора 10 мкг/мл внутреннего стандарта и, наконец, доводили объем до 1 мл гексаном, чтобы определить степень извлечения при добавлении стандарта.

Условия определения GCMS

Колонка	30м×0.25мм×0.25мм
Температура инжектора	280 °С
Скорость потока	1.0мл/мин
Объем инъекции	1.0мкл
Температурная программа	Выдержка 2 мин при 120°С, нагрев до 180°С со скоростью 12°С/мин, выдержка 5 мин, нагрев до 240°С со скоростью 7°С/мин, затем нагрев до 280°С со скоростью 5°С/мин. выдержка 2 мин.
Т° интерфейса	280°С
Т° ист. ионов	230°С
Т° квадруполя	150°С
Режим	SIM
Диап. сканирования	45а.е.м.~450а.е.м.
Задержка на время выхода растворителя	5 мин

Результаты и обсуждение

Таблица 1 Степень извлечения из модельных образцов

Соединение	Степень извлечения (%)			
	100ppb	300ppb	500ppb	RSD(%)
α- ГХЦГ	86.5	96.2	91.6	4.3
	88.4	95.5	86.5	
	84.7	93.2	93.9	
β- ГХЦГ	98.4	105.4	97.9	4.4
	95.8	100.7	99.6	
	99.2	109.6	106.7	
γ- ГХЦГ	98.5	112.1	103.2	5.6
	95	100.2	109.8	
	91.3	103.9	97.5	
ГХЦГ	99.3	106.4	100.2	4.7
	103.2	101.8	99.6	
	99.6	106.3	102.5	
p,p'-ДДД	97.9	105.7	100.7	3.2
	96.4	102.3	98.5	
	98.2	101.3	97.2	
p,p'-ДДЭ	97	110.6	106.5	4.5
	89.3	108.1	103.2	
	93.7	112.9	104.4	
p,p'-ДДТ	90.6	86.4	79.7	4.4
	91.4	89.5	72.4	
	93.4	80.7	71.9	

Итоги

Приготовление рабочих растворов стандартов с помощью автоматической рабочей станции для обработки жидких образцов RayKol AP 300 существенно облегчает работу персонала и экономит время.

Высокопроизводительный жидкостный экстрактор при повышенном давлении HPFE от RayKol позволяет за 30 минут обработать шесть образцов одновременно. Соответственно, при 8 часовой смене, ежедневная производительность составит 96 образцов. Прибор прост в эксплуатации, параметры работы задаются через сенсорный экран, управление одной кнопкой, новый персонал лаборатории может сразу приступить к работе, прибор имеет четыре канала для растворителей, которые могут автоматически подаваться и смешиваться в различных соотношениях.

Высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции Fotector Plus позволяет реализовывать проведение основных этапов очистки, начиная с активации, загрузки образца, промывки до элюирования в автоматическом режиме, непрерывно и автоматически обрабатывая до 60 образцов одновременно по 6 каналам, и, значительно увеличивая производительность прибора. Точность и надежность гарантируют скорость экстракции.