

Определение полициклических ароматических углеводородов в почве



В данной работе описан метод определения остатков ПАУ в почвенных отложениях с использованием высокопроизводительного полностью автоматического твердофазного экстрактора Fotector Plus в сочетании с ГХ-МС. После экстракции в высокопроизводительном жидкостном экстракторе под давлением HPFE, экстракт концентрировали и переносили в гексан до 1 мл образца с помощью полностью автоматического вакуумного параллельного концентратора MPE, затем очищали в высокопроизводительном полностью автоматическом твердофазном экстракторе Fotector Plus, который автоматически выполняет этапы активации колонки SPE, загрузку образца, промывку и сбор экстракта и т.д. Собранный раствор затем концентрировали с помощью высокопроизводительного полностью автоматического параллельного упаривателя Auto EVA 80, переводили в растворитель и объемно определяли методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии (ГХ-МС).

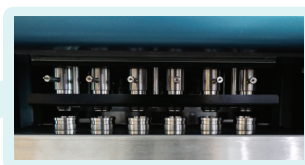
Оборудование	Raykol Fotector Plus Высокопроизводительная автоматическая система твердофазной экстракции
	Raykol HPFE Система высокопроизводительной экстракции жидкости под давлением
	Raykol MPE Система высокопроизводительного вакуумного параллельного концентрирования
	Raykol Auto EVA 80 Высокопроизводительный автоматический параллельный упариватель в токе азота
	GC-MS, Газовый хроматомасс-спектрометр
Расходные материалы	Картридж ТФЭ: RayCure Silica, 1г/6мл, (RC-204-16845)
	Капиллярная колонка для газовой хроматографии: HP-5MS (30 м×0.25 мм×0.25 мкм)
Реагенты	н-гексан, ацетон, дихлорметан, безводный сульфат натрия (высокой чистоты)

Предварительная обработка образца

экстракция



HPFE
Высокопроизводительная система жидкостной экстракции под давлением



- Взвесьте 20 г измельченного и просеянного образца почвы из окружающей среды, добавьте соответствующее количество диатомовой земли и равномерно перемешайте и залейте его в 34-мл экстракционную ячейку, заполните шесть экстракционных ячеек таким же образом.

- Шесть образцов, обработанных одновременно, были помещены в HPFE

Экстракционный растворитель - смесь дихлорметан/ацетон (объемное соотношение 1:1), давление в системе 10 МПа, температура экстракции 100°C, температура предварительного нагрева 100°C, статическое время экстракции 5 мин, время продувки составляет 1 минуту, а объем промывки соответствует 60% объему экстракционной ячейки, время промывки 20 с.

- Проведите экстракцию дважды, соберите экстракт, удалите воду безводным сульфатом натрия.

предварительное концентрирование

Концентрируйте образец до 1 мл, добавьте 10 мл н-гексана и продолжайте концентрировать до 1 мл



MPE Система высокопроизводительного вакуумного параллельного концентрирования

очистка



Fotector Plus Высокопроизводительная автоматическая система твердофазной экстракции

концентрирование

Продувка азотом для удаления растворителя. Для анализа методом ГХ-МС



Auto EVA 80 Высокопроизводительный автоматический параллельный упариватель в токе азота

Условия очистки твердофазной экстракцией

Автоматический экстрактор	Fotector Plus
Картридж ТФЭ	Silica (RayCure, 1г/6мл)
Активация	ацетон, н-гексан
промывка флаконов	н-гексан
промывка	Ацетон : н-гексан (1: 9)

Условия газовой хроматографии-масс-спектрометрии

Температура инжектора	260 °С
скорость потока	1 мл/мин
объем инъекции	1 мкл
Температура термостата	60 °С в течение 1 мин, затем увеличить до 200°С со скоростью 10 °С/ мин. Подогрев, выдержка 2 мин, подъем до 300°С со скоростью 5°С/мин, выдержка 2 мин
интерфейс	280 °С
источник ионов	230 °С
квадруполь	150 °С
режим	полное сканирование
задержка на время выхода растворителя	6 мин.

Результаты и обсуждение

После предварительной обработки и экстракции образец был очищен с помощью Fotector Plus. Общий средний коэффициент извлечения составил 75,34-120,00%, а RSD - менее 13% (n=4). Коэффициент извлечения и RSD представлены в Таблице :

Таблица 1 Экстракция 16 ПАУ /относительное стандартное отклонение (n=4)

Соединение	Концентр. мкг/кг	Ср. коэфф.извл. (%)	RSD (n=4)	Концентр. мкг/кг	Ср. коэфф.извл. (%)	RSD (n=4)
Нафталин	20	76.8	3.83	200	71.17	7.94
Аценафтен	20	75.87	7.12	200	71.88	2.88
Аценафтилен	20	72.34	7.47	200	80.45	0.46
Флуорен	20	85.15	7.47	200	79.77	5.75
Фенантрен	20	99.91	4.45	200	104.09	1.41
Антрацен	20	87.7	7	200	91.65	4.34
Флуорантен	20	90.95	4.72	200	104.16	6.5
Пирен	20	89.05	12.74	200	94.32	1.05
Антрацен	20	100.77	8.39	200	115.39	11.2
Бенз(а)антрацен	20	113.09	11.89	200	103.7	8.32
Бензо(б)флуорантен	20	93.44	3.57	200	114.77	1.66
Бензо(к)флуорантен	20	98.51	3.94	200	101.26	1.34
Бенз(а)пирен	20	66.77	4.26	200	74.86	0.8
Дибенз(а, h)антрацен	20	106.01	2.68	200	78	8.84
Бензо(g, h, i)перилен	20	88.07	4.73	200	76	1.17
Индено(1,2,3-cd)пирен	20	100.01	6.59	200	119	6.14

Выводы

Метод с использованием высокопроизводительного жидкостного экстрактора при повышенном давлении HPFE от RayKol для экстракции ПАУ из образцов почвы, позволяет одновременно обрабатывать шесть образцов за 30 минут, 96 образцов/рабочий день. Инструмент прост в эксплуатации, управление с помощью сенсорного экрана, одна клавиша для запуска, не требует обучения нового персонала лаборатории: можно сразу приступать к работе. Возможно использование четырех типов растворителей, которые можно смешивать в различных соотношениях, не требует ручной подготовки.

Вакуумный параллельный концентратор RayKol MPE может концентрировать за полчаса 16 образцов большого объема и 36 образцов малого объема, что значительно повышает эффективность предварительной обработки образцов и полностью освобождает лабораторный персонал.

Высокопроизводительный автоматический твердофазный экстрактор от RayKol Fotector Plus может одновременно обрабатывать 6 образцов, непрерывно автоматически обработать 60 образцов, команды активации, загрузки образца, промывки, элюирования и др. автоматизированы, что значительно повышает точность и надежность метода, и увеличивает скорость извлечения

Автоматический параллельный концентратор от RayKol Auto EVA 80 обеспечивает быстрое параллельное концентрирование небольших объемов образцов.