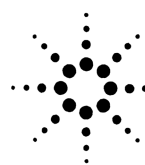


顾骏,曹茂新,张大为.气相色谱质谱法筛查分析土壤中 147 种半挥发性有机物[J].环境化学,2017,36(10):2283-2287.

GU Jun, CAO Maoxin, ZHANG Dawei. Determination of 147 semi-volatile organic compounds in soils by gas chromatography/mass spectrometry [J]. Environmental Chemistry, 2017, 36(10): 2283-2287.



安捷伦科技 (Agilent)

气相色谱质谱法筛查分析土壤中 147 种半挥发性有机物

顾 骏^{1*} 曹茂新² 张大为²

(1. 实朴检测技术服务有限公司, 上海, 201108; 2. 安捷伦科技有限公司, 上海, 200080)

摘 要 土壤中半挥发性有机污染物检测,由于土壤本身基体复杂且涉及的半挥发性有机物种类较多,给实验带来了一定难度.本实验方法参考 EPA8270D 和新国标 HJ834—2017、HJ835—2017 的内容,针对 147 种 SVOCs 开发了一针进样快速筛查分析的方法,土壤中苯系物、苯酚类、苯胺类、硝基芳香烃类、氯代芳烃类、多环芳烃类、有机氯农药等半挥发性有机物绝大多数获得了较好的回收率和检测限,整个实验过程样品前处理快速、简便,仪器分析方法快速、稳定.

关键词 加压流体萃取法,气相色谱质谱仪,半挥发性有机污染物,土壤分析.

半挥发性有机物(SVOCs)广泛分布于环境土壤中,由于其难于挥发降解,甚至有些化合物具有持久性、生物蓄积性在环境中长期沉积和迁移.半挥发性有机物类别繁多,其特性不一,常见的有苯酚类、苯胺类、硝基芳香烃类、氯代芳烃类、多环芳烃类、有机氯有机磷农药等物质,因此,其检测标准方法也大多侧重于某一类有机污染物的分析.

土壤样品的提取和净化在测定土壤中半挥发性有机物的过程中非常关键,传统的方法多针对某一类化合物进行提取和净化,如索氏萃取法(soxhlet extraction, SE),最经典的萃取方法,但是其耗时长,工作效率低;超声萃取法(ultrasonic Extraction, UE),具有仪器占用空间小,萃取时间较短,适合萃取不耐热的组分等优势受到越来越多的关注和应用.此外,微波萃取法(microwave assisted extraction, MAE)和加压流体萃取法(pressurized liquid extraction, PLE),由于高效便捷、自动化程度高正在逐渐取代传统的萃取法,为众多实验室应用.

本文采用了《HJ 783—2016 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》标准中规定的方法,参考了美国 EPA 8270D 的标准内容,同时也涵盖了最新国标《HJ834—2017 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》中的 76 种化合物(含内标和替代物)以及《HJ 835—2017 土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法》标准中规定的有机氯农药.采用加压流体萃取法对土壤中多种不同性质的有机污染物进行提取,通过 Kuderna-Danish(K-D)浓缩装置进行浓缩后,进入气相色谱质谱仪分析测定.对土壤中 147 多种不同性质的化合物进行萃取实验.整个实验方法进行了检出限、加标回收率、精密度、仪器稳定性和耐污染性测试.

1 实验部分

1.1 实验仪器

气相色谱质谱联用仪(GC/MS): Intuvo 9000GC / 5977B MS, EI 离子源,配有 ALS7693 自动进样器,美国安捷伦公司.加压流体萃取仪: Buchi E-916; 索氏提取装置: 经典式玻璃索氏提取; FS-450N 超声萃取仪; GGC-E-28 翻转式振荡萃取器,北京国环高科自动化技术研究院; Kuderna-Danish(K-D)浓缩装置,北京欣维尔玻璃仪器有限公司; HH-28 型号 8 孔水浴锅,温度范围 37—100 °C (±0.5 °C).

1.2 试剂与材料

半挥发性有机物标准品: AccuGrand 64 组分半挥发性有机物混合标准溶液(Accustandard M-8270-AG01-ASL)、AccuGrand 39 组分半挥发性有机物混合标准溶液(Accustandard M-8270-AG02-ASL)、22 组分有机氯农药混合标准溶液(Accustandard M-680P)、3 组分 *o*, *p*'-滴滴涕混标(*o*2si 131220-01)、TCL 联苯胺混合标准溶液(supelco 48906)、硝基氯苯混合标准溶液(*o*2si 116021-02)以及部分由 Dr. Ehrenstorfer 提供的纯物质标准品.替代物标准溶液: EPA8270 BNA 替代物标准溶液(*o*2si 110004-20-1ML).内标溶液: EPA8270 内标标准溶液(*o*2si 110001-01).

二氯甲烷、丙酮、正己烷: ACS 公司(Anaqua Chemicals Supply),农残级;无水硫酸钠: 国药,450 °C 烘 4 h,冷却后装瓶,于干燥器中保存.

1.3 样品前处理

取空白石英砂,用正己烷反复清洗3次,用于空白加标实验.取实际污染样品自然风干,研磨后过100目孔径尼龙筛,装在250 mL玻璃瓶中密封保存,作为实际样品用于加标分析.

准确称取20.0 g实际土壤样品置于萃取池内,加入二氯甲烷/丙酮(1:1)土壤提取剂进行萃取,加速溶剂萃取仪的温度设定为100 ℃,压力设定为100 bar,预加热平衡5 min,静态萃取时间为5 min,循环2次,溶剂淋洗60%萃取池体积,氮气吹扫时间1 min.同时,按相同方法浓缩空白样品.萃取液转移至KD浓缩装置进行浓缩,将浓缩液定容至1.0 mL,待上机测试.同时,按相同方法浓缩空白加标样品.

KD浓缩装置含10 mL接收管、500 mL加液烧瓶、三球施耐德柱(Snyder column)和两球施耐德柱.使用前需用二氯甲烷润洗一遍,弃去废液后使用.

1.4 仪器条件

色谱条件 色谱柱:HP-5MS UI 30 m × 250 μm × 0.25 μm;升温程序:45 ℃(保持2 min),以20 ℃·min⁻¹升温到265 ℃,以6 ℃·min⁻¹升温到285 ℃,再以10 ℃·min⁻¹升温到320 ℃(保持4 min);进样口温度:300 ℃;传输线温度:280 ℃;保护芯片温度设置:跟踪柱温;流量芯片温度:320 ℃;载气流速:1 mL·min⁻¹;进样量:1.0 μL,不分流模式.

质谱条件 离子源温度:280 ℃;四极杆温度:150 ℃;扫描范围:35—500 m/z;溶剂延迟:3.9 min

2 结果与讨论

2.1 半挥发性有机物分离色谱图

由于半挥发性有机污染物(SVOCs)的沸点在170—350 ℃范围内,因此分离这些物质需要使用较高温度耐受性的柱子.根据8270D标准推荐使用HP-5MS或类似色谱柱,本实验采用了超低流失的色谱柱HP-5MS UI型号.该色谱柱能够很好地分离大部分的147种半挥发性有机物及替代物和内标物质,并且能够获得绝大部分物质的较高丰度值.图1是5 mg·L⁻¹的147种半挥发标准物质和6个内标及6个替代物的总离子流图.

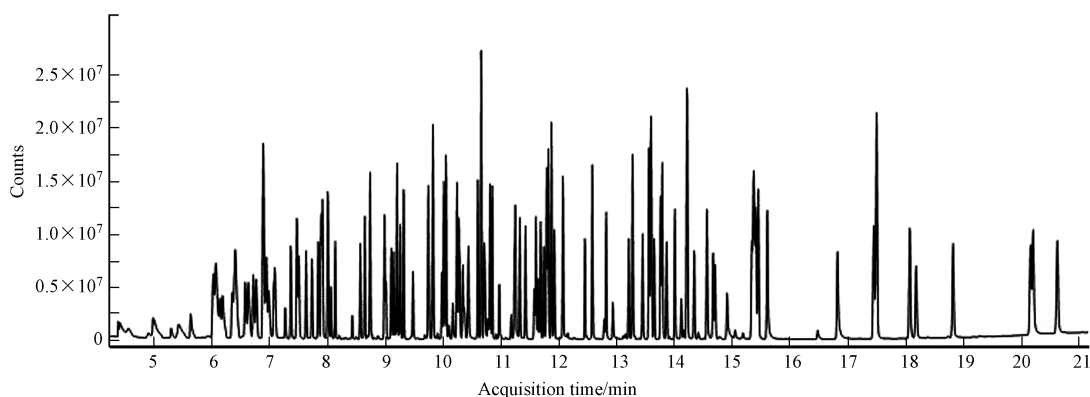


图1 147种半挥发性标准物质和6个内标及6个替代物

2.2 样品前处理

对于筛查实验来说,提取方式和提取效率是非常重要的步骤.针对土壤中的SVOCs的筛查测试,本实验对常规的提取方式做了回收率比较.为了尽可能的减少土壤背景对实验的影响,取自然风干后的土壤样品,过100目筛后,经马弗炉450 ℃烘烤3 h,凉后装瓶密封作为空白土样.空白土样加标,将标准溶液用甲醇稀释至一定浓度,加标至空白土壤样品中充分混合,制成标准土样样品,使得土样中的目标化合物浓度值为2.5 μg·g⁻¹.

索氏萃取法 准确称取2.0 g空白土样,放入滤纸筒中,加入标准物质和替代物,将滤纸筒置于索氏提取器中.在500 mL圆底烧瓶中加入150 mL丙酮/二氯甲烷(1:1)混合溶剂,加热回流18 h,每小时4—6次回流,同时按照此方法萃取空白土样和7个平行加标样.

超声波萃取法 准确称取2.0 g的空白土样置于100 mL烧杯中,加入标准物质和替代物,再加入约50 mL丙酮/二氯甲烷(1:1)混合溶剂,超声波萃取10 min,离心分离出萃取液,重复3次,将3次萃取液混合,待进行浓缩,同时按照此方法萃取空白土样和7个平行加标样.

翻转振荡萃取法 准确称取2.0 g的空白土样置于250 mL蓝盖瓶中,加入标准物质和替代物,再加入100 mL丙酮/二氯甲烷(1:1)混合溶剂,盖上瓶盖,于翻转振荡器上振摇2 h,转速30±2 r·min⁻¹.振摇结束后进行过滤,待浓缩.同时按照此方法萃取空白土样和7个平行加标样.

加压流体萃取法 准确称取2.0 g的空白土样置于10 mL的萃取池内,加入标准物质和替代物,用丙酮/二氯甲烷(1:1)混合溶剂进行萃取,加速溶剂萃取仪的温度设定为100 ℃,压力设定为100 bar,静态萃取时间为10 min,循环2次,

待浓缩.同时按照此方法萃取空白土样和 7 个平行加标样.

所有样品浓缩均采用 Kuderna-Danish (K-D) 浓缩装置,含 10 mL 接收管、500 mL 加液烧瓶、三球施耐德柱 (Snyder column) 和两球施耐德柱.使用前需用二氯甲烷润洗一遍,弃去废液后使用.最终样品浓缩定容至 1 mL,准备上机分析.由表 1 可见,4 种萃取方法对土壤中替代物加标回收率的结果没有太大的差异性,加压流体萃取方法得到的回收率较好,综合回收率、萃取样品的时间、仪器的自动化以及可操作性等因素,选取加压流体萃取方式.

表 1 4 种不同提取方法对土壤样品中替代物加标回收率的比较 (%)

化合物	索氏萃取	超声波萃取	翻转振荡萃取	加压流体萃取
2-氟苯酚	70.34 — 78.70	72.84 — 90.89	71.81 — 78.87	71.60 — 109.40
苯酚-d ₆	86.47 — 98.76	79.41 — 103.95	75.79 — 89.49	74.53 — 90.07
硝基苯-d ₅	70.05 — 94.52	83.67 — 111.06	73.20 — 90.70	85.18 — 96.85
2-氟联苯	71.56 — 92.10	89.04 — 112.67	73.20 — 93.69	85.10 — 93.96
2,4,6-三溴苯酚	70.79 — 90.80	73.18 — 94.87	75.09 — 86.80	71.20 — 80.40
三联苯-d ₁₄	90.80 — 103.20	88.68 — 115.48	85.33 — 100.33	85.17 — 94.44

2.3 仪器耐污染测试

由于本实验是涉及多类型化合物的筛查实验,考虑到化合物的多样性和复杂性,在前处理的过程中去除了样品净化步骤,以避免由于净化而造成某些化合物的损失或丢失,造成筛查结果的不准确性.同时,由于省去了净化步骤,提取浓缩后的样品基体比较脏,对仪器的污染程度也会大大增加,因此需要测试仪器的耐污染性和稳定性.根据 EPA 方法 3500C 中推荐的包含碱性、中性 (acenaphthene、pyrene、2,4-dinitrotoluene、N-nitrosodipropylamine、1,2,4-trichlorobenzene、1,4-dichlorobenzene) 和酸性 (phenol、4-chloro-3-methylphenol、2-chlorophenol、4-nitrophenol、pentachlorophenol) 的 11 种化合物基质加标溶液作为考察仪器稳定性的 QC 指标性物质.在样品分析序列中,每隔 20 个样品分析 1 次 QC 样品.在总共 400 个样品连续分析的过程中,共更换了 5 根衬管、1 个色谱柱保护芯片.从峰面积变化趋势可以看出,每次更换衬管后质控物质的响应值能够回到接近初始状态,表明仪器的灵敏得到了恢复,也证明了色谱柱保护芯片能够保护色谱柱及质谱检测器,大大地减少了未经净化的土壤样品对色谱柱及质谱检测器的污染.

2.4 校准曲线响应因子相对标准偏差及检出限

分别配制 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg·L⁻¹ 不同浓度校准样品进行标准曲线制作.预先将目标化合物用二氯甲烷稀释成为 100 mg·L⁻¹ 的混合标准中间贮备液,将替代物标准溶液用二氯甲烷稀释成为 100 mg·L⁻¹ 的替代物使用液,将内标标准溶液用丙酮稀释成为 100 mg·L⁻¹ 的内标使用液.取 6 个 5 mL 棕色容量瓶,预先加入 2 mL 二氯甲烷,用气密性注射器分别移取 10、25、50、100 L、250、500 μL 中间贮备液,然后在每个容量瓶中添加 250 μL 替代物使用液和 250 μL 内标使用液,用二氯甲烷定容后混匀.以上 6 个浓度点的标准系列中,半挥发性有机物的质量浓度分别为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 μg·mL⁻¹,替代物和内标的质量浓度均为 5.0 μg·mL⁻¹.按照仪器条件,从低浓度到高浓度依次进样分析.以目标化合物浓度为横坐标,以目标化合物与内标化合物定量离子响应值的比值和内标化合物的质量浓度的乘积作为纵坐标,绘制标准曲线.根据化合物的响应强度,适当调整曲线的最低点值.通过计算曲线的响应因子和各响应因子的相对标准偏差,得到化合物的相对响应因子的相对标准偏差 (RSD%) 均小于 30%,具体结果见表 2.

连续分析 7 个低浓度的实验室空白加标样品,计算其标准偏差 S ,再根据公式 $MDL = St_{(n-1, 0.99)}$ 计算检出限.其中, $t_{(n-1, 0.99)}$ 为置信度为 99%、自由度为 $n-1$ 时的 t 值; n 为平行分析的样品数.结果见表 2.

2.5 加标回收率和精密度

分别称取 7 份同样的空白样品各 20.0 g,加入替代物和混合标准溶液,使其加标浓度为 0.1 mg·kg⁻¹,按照样品分析步骤进行操作和测试,计算它们的相对标准偏差和加标回收率.计算得到相对标准偏差在 1.7%—35.2% 之间,加标回收率在 43.9%—155.2% 之间,具体结果见表 2.

表 2 校准曲线 RF 值相对标准偏差、样品加标平均回收率、方法检出限

化合物	相对响应因子				化合物	相对响应因子			
	RSD (RF) / %	平均浓度 RSD / %	平均加标回收率 / %	MDL / (mg·kg ⁻¹)		RSD (RF) / %	平均浓度 RSD / %	平均加标回收率 / %	MDL / (mg·kg ⁻¹)
N-Nitrosodimethylamine	9.7	12.9	98.1	0.040	N-Nitrosomethylethylamine	13.7	7.4	110.4	0.023
2-Picoline	10.1	17.1	62.1	0.053	Methanesulfonate-methyl	6.6	32.5	64.4	0.100
2-Fluorophenol	3.8	5.4	139.0	0.017	N-Nitrosodiethylamine	9.7	6.7	110.0	0.021
Methanesulfonate-ethyl	7.5	22.2	81.2	0.068	Phenol-d6	7.3	4.1	124.3	0.013
Phenol	7.7	11.9	88.2	0.037	Pentachloroethane	3.1	10.8	80.9	0.033

续表2

化合物	相对响应因子 RSD (RF) / %	平均浓度 RSD/%	平均加标 回收率/%	MDL/ (mg·kg ⁻¹)	化合物	相对响应因子 RSD (RF) / %	平均浓度 RSD/%	平均加标 回收率/%	MDL/ (mg·kg ⁻¹)
Aniline	17.3	26.4	60.4	0.081	Bis(2-chloroethyl) ether	9.6	8.4	77.4	0.026
2-Chlorophenol	2.2	8.7	84.7	0.027	1,3-Dichlorobenzene	4.2	18.4	87.1	0.057
1,4-Dichlorobenzene	3.9	16.3	81.5	0.050	1,2-Dichlorobenzene	2.7	10.7	86.4	0.033
2-Methylphenol	10.9	19.3	77.1	0.059	Benzyl alcohol	18.9	26.3	125.3	0.081
Dichloroisopropyl ether	13.5	5.0	90.1	0.015	3&4-Methylphenol	5.4	11.6	145.4	0.036
N-Nitrosopyrrolidine	11.8	4.8	153.2	0.015	1,3,5-trimethylbenzene	15.2	8.1	66.1	0.025
Acetophenone	3.2	6.0	95.5	0.018	1,2,4-trimethylbenzene	11.3	4.7	102.7	0.015
N-Nitrosomorpholine	10.6	13.7	108.5	0.042	N-Nitrosodi-n-propylamine	19.3	5.4	110.4	0.017
o-Toluidine	17.9	20.9	59.7	0.064	Hexachloroethane	6.9	14.0	81.6	0.043
Nitrobenzene-d5	7.4	2.1	135.8	0.007	Nitrobenzene	5.0	6.6	96.0	0.020
N-Nitrosopiperidine	9.5	5.4	105.3	0.017	Isophorone	4.9	6.7	93.2	0.021
2-Nitrophenol	21.1	6.0	80.3	0.019	1,3,5-trichlorobenzene	8.5	7.0	85.1	0.021
2,4-Dimethylphenol	11.1	24.0	56.9	0.074	Bis(2-chloroethoxy) methane	3.8	7.4	90.0	0.023
2,4-Dichlorophenol	12.2	9.6	80.4	0.030	1,2,4-Trichlorobenzene	6.8	6.4	87.7	0.020
Naphthalene	8.1	6.5	93.7	0.020	4-chloroaniline	15.7	29.0	64.4	0.089
2,6-Dichlorophenol	0.6	16.8	70.1	0.052	Hexachloropropylene	12.5	11.2	68.1	0.035
Dichlorvos	16.9	14.5	59.6	0.045	Hexachlorobutadiene	6.4	6.9	88.9	0.021
N-Nitrosodibutylamine	13.0	11.3	113.8	0.035	4-Chloro-3-methylphenol	3.8	8.3	90.2	0.026
1-Chloro-3-nitrobenzene	6.8	26.6	65.1	0.082	1-Chloro-4-nitrobenzene	16.0	32.1	145.2	0.099
cis-Isosafrol	3.7	7.1	90.8	0.022	2-Methylnaphthalene	4.2	6.2	90.1	0.019
1-Chloro-2-nitrobenzene	3.6	32.1	155.2	0.099	1,2,4,5-tetrachlorobenzene	4.7	6.6	89.2	0.020
trans-Isosafrol	13.6	35.2	80.8	0.109	Hexachlorocyclopentadiene	15.0	22.6	50.9	0.070
2,4,6-Trichlorophenol	13.4	11.1	82.6	0.034	2,4,5-Trichlorophenol	4.2	9.1	81.0	0.028
2-Fluorobiphenyl	2.8	2.0	141.1	0.006	Safrole	3.6	12.2	82.4	0.038
2-Chloronaphthalene	7.2	5.6	92.9	0.017	Monocrotophos	8.5	34.8	64.4	0.107
2-Nitroaniline	11.0	7.9	92.1	0.024	Dimethyl phthalate	5.1	7.6	142.6	0.023
1,3-Dinitrobenzene	20.6	10.7	128.9	0.033	2,6-Dinitrotoluene	8.6	6.3	90.5	0.020
Acenaphthylene	8.4	7.4	99.9	0.023	3-Nitroaniline	11.3	22.6	96.3	0.070
Acenaphthene	7.3	6.6	94.1	0.020	2,4-dinitrophenol	7.7	19.7	67.9	0.061
4-Nitrophenol	22.6	8.4	77.7	0.026	Dibenzofuran	3.2	6.6	90.4	0.020
Pentachlorobenzene	4.2	6.0	89.1	0.019	2,4-Dinitrotoluene	13.6	7.7	87.6	0.024
1-Naphthylamine	17.5	25.4	46.2	0.078	2-Naphthylamine	19.8	28.6	43.9	0.088
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	13.5	10.5	83.5	0.032	Diethyl phthalate	9.3	6.7	93.1	0.021
Fluorene	8.8	6.9	95.9	0.021	4-Chlorophenyl phenyl ether	11.1	6.9	91.6	0.021
5-Nitro-o-toluidine	23.9	16.5	94.7	0.051	4-Nitroaniline	8.4	14.5	100.4	0.045
4,6-dinitro-2-methylphenol	20.8	9.1	59.9	0.028	Diphenylamine & N-Nitrosodiphenylamine	13.2	30.6	105.1	0.094
Azobenzene	2.1	7.4	106.6	0.023	2,4,6-Tribromophenol	9.6	9.2	137.8	0.028
1,3,5-Trinitrobenzene	15.8	6.8	76.0	0.021	Phenacetin	12.6	11.5	106.1	0.035
4-Bromophenyl phenyl ether	5.4	7.4	91.3	0.023	Dimethoate	12.5	14.1	56.6	0.043
Propyzamide	7.2	17.7	104.8	0.055	α-BHC	6.6	7.5	90.5	0.023
Hexachlorobenzene	8.9	7.2	91.6	0.022	4-Aminobiphenyl	11.2	26.7	52.7	0.082
Pronamide	12.2	22.3	150.0	0.069	β-BHC	7.5	7.6	91.6	0.023
Pentachlorophenol	18.9	12.8	81.7	0.039	Simazine	12.7	10.3	99.7	0.032
γ-BHC	9.3	5.9	90.9	0.018	Pentachloronitrobenzene	5.9	7.2	95.9	0.022
Phenanthrene	6.0	7.4	96.6	0.023	Anthracene	8.2	7.3	95.0	0.023
δ-BHC	9.2	5.9	95.5	0.018	Carbazole	12.2	6.4	123.1	0.020
Heptachlor	13.1	7.1	79.1	0.022	Di-n-butyl phthalate	8.2	10.0	139.9	0.031

续表2

化合物	相对响应因子 RSD (RF) /%	平均浓度 RSD/%	平均加标 回收率/%	MDL/ ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	化合物	相对响应因子 RSD (RF) /%	平均浓度 RSD/%	平均加标 回收率/%	MDL/ ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)
4-Nitroquinoline-N-oxide	16.4	10.3	69.0	0.032	Aldrin	6.9	7.5	97.1	0.023
Methapyrilene (HCl)	16.0	15.4	55.5	0.047	Heptachlor epoxide	2.5	7.8	95.1	0.024
Fluoranthene	9.7	7.2	105.2	0.022	<i>trans</i> -Chlordane	0.7	6.5	91.6	0.020
Pyrene	8.8	6.4	99.2	0.020	Endosulfan1	6.5	9.6	93.2	0.030
<i>cis</i> -Chlordane	5.0	5.6	92.4	0.017	<i>cis</i> -Nonachlor	6.4	5.9	96.1	0.018
4,4'-DDE	4.4	7.0	90.8	0.022	<i>o,p'</i> -DDE	3.6	8.4	88.6	0.026
Terphenyl-d14	5.1	1.7	140.6	0.005	Dieldrin	2.7	5.9	99.1	0.018
Benzidine	11.8	6.6	129.6	0.020	Dimethylaminoazobenzene	16.2	34.3	63.4	0.106
Endrin	7.8	5.5	84.9	0.017	Endosulfan2	9.7	7.0	89.9	0.022
<i>o,p'</i> -DDD	4.1	8.6	64.0	0.027	4,4'-DDD	2.8	6.3	104.5	0.019
<i>o,p'</i> -DDT	8.6	9.5	70.8	0.029	<i>trans</i> -Nonachlor	7.8	6.1	96.4	0.019
Butyl Benzyl phthalate	14.6	5.8	100.6	0.018	4,4'-DDT	8.6	5.4	61.3	0.017
Endosulfan sulfate	10.9	5.3	102.1	0.016	<i>N</i> -2-Fluorenyl Acetamide	15.7	6.6	96.4	0.020
Endrin aldehyde	12.3	5.9	94.8	0.018	3,3'-Dichlorobenzidine	10.3	6.1	93.5	0.019
Endrin ketone	8.4	6.3	93.4	0.019	Methoxychlor	11.6	7.3	63.2	0.022
Benzo[<i>a</i>]anthracene	1.8	6.5	94.6	0.020	Chrysene	7.5	6.3	94.9	0.019
Bis(2-ethylhexyl)_phthalate	7.6	16.7	148.9	0.052	Mirex	8.3	8.3	125.2	0.026
Di- <i>n</i> -octyl_phthalate	12.3	5.9	104.1	0.018	Benzo[<i>b</i>]fluoranthene	8.5	6.1	101.3	0.019
Benzo[<i>k</i>]fluoranthene	10.6	5.8	99.6	0.018	7,12-Dimethylbenz(<i>a</i>)anthracene	12.7	10.5	78.9	0.032
Benzo[<i>a</i>]pyrene	11.4	6.6	96.1	0.020	3-Methylcholanthrene	14.1	24.1	59.4	0.074
Indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyrene	9.6	5.8	91.9	0.018	Benzo[<i>g,h,i</i>]perylene	7.4	5.9	94.4	0.018
Dibenz[<i>a,h</i>]anthracene	3.8	5.4	97.7	0.017					

注: BHC (Hexachlorocyclohexane).

3 结论

本实验研究了土壤样品中多种半挥发性有机物同时筛查检测的方法.首先,对样品前处理的方式做了综合的比较,得出加压流体萃取方式比较适合批量样品的处理.同时,由于作多类型有机物筛查分析,为了保证化合物的回收率和检出率,在样品的前处理步骤中省略净化过程,直接浓缩进样分析.采用了最新的 Intuvo 9000 GCMS,具有独特的保护芯片和直接加热技术,既提高了分析的速度,又能够有效的抗污染,适用于简单前处理的批量样品筛查分析.总体而言,整个实验方法过程简单、快速、全面,并能够满足现行标准要求.