



自动固相萃取系统在饮用水分析中的应用

Tom Dobbs, Jeff Wiseman, Jennifer Salmons, Mike Klingensmith  
J2 Scientific LLC

摘要

EPA 方法 525.2 是针对饮用水中半挥发性有机物，如 PAHs,农药和除草剂的分析方法，这一方法目前被很多水质分析部门使用，监控水中氯代苯的水平是非常重要的。二氯苯的异构体，1,2-,1,3-,1,4-在 1662 个国家污染物监测点（NPL）中的 786 个都有检出。1,4-DCB 是广泛用于密封材料和除味剂的主要成分，而 1,3-DCB 存在于 13%的美国地表水，浓度从 0.008 到 154ppb，而在鱼体中最高可达 470ppb。

1,4-二氯苯和六氯苯都曾广泛用于农药，虽说 HCB 已经在 1965 年被禁用，但是目前这些化合物在饮用水中的水平仍然需要重点监控。

实验仪器

本次实验使用了 J2 Scientific 公司的 PrepLinc SPEi 和 AccuVap FLX 自动浓缩系统，SPE 小柱在第一个柱模块上使用 6ml C18 小柱（J2 Scientific p/n CS0201），在第二个柱模块上使用 6ml 的无水硫酸钠小柱（J2 scientific p/n CS0211）。



在一升水中加入，1,4-二氯苯	15.3ppm
1,2,4-三氯苯	40.3ppm
1,2,4,5 四氯苯	50.8ppm
六氯苯	44.8ppm

PrepLinc SPE 系统可以将样品从第一根小柱完全转移至第二根小柱，我们先用乙酸乙酯对两根柱子进行活化，然后使用一系列溶剂对 C18 柱进行活化，然后将样品加到 C18 小柱上，上样结束后小柱被完全干燥，从 C18 上洗脱下来的组份经过无水硫酸钠小柱后进入浓缩系统。

Operation	Values	Column 1	Column 2	Accuvap
Condition	Volume:30000 Aspirate:30000 Dispense:7500 Solvent: 1 SPE Solvent Select Valve Ethyl Acetate	↓	↓	
Condition	Volume:30000 Aspirate:30000 Dispense:7500 Solvent: 2 SPE Solvent Select Valve Methylene Chloride	↓	↓	
Condition	Volume:30000 Aspirate:30000 Dispense:7500 Solvent: 3 SPE Solvent Select Valve Methanol	↓	↓	
Condition	Volume:10000 Aspirate:30000 Dispense:7500 Solvent: 4 SPE Solvent Select Valve Isopropanol	↓	↓	
Condition	Volume:30000 Aspirate:30000 Dispense:7500 Solvent: 5 SPE Solvent Select Valve Water	↓	↓	
Flow Injection	Pump Speed: 2.5 mL/min	↓	↓	
Drying/Clear	Time: 30	↓	↓	
Elution	Volume:30000 Aspirate:30000 Dispense:7500 Solvent: 1 SPE Solvent Select Valve Ethyl Acetate	↓	↓	↓

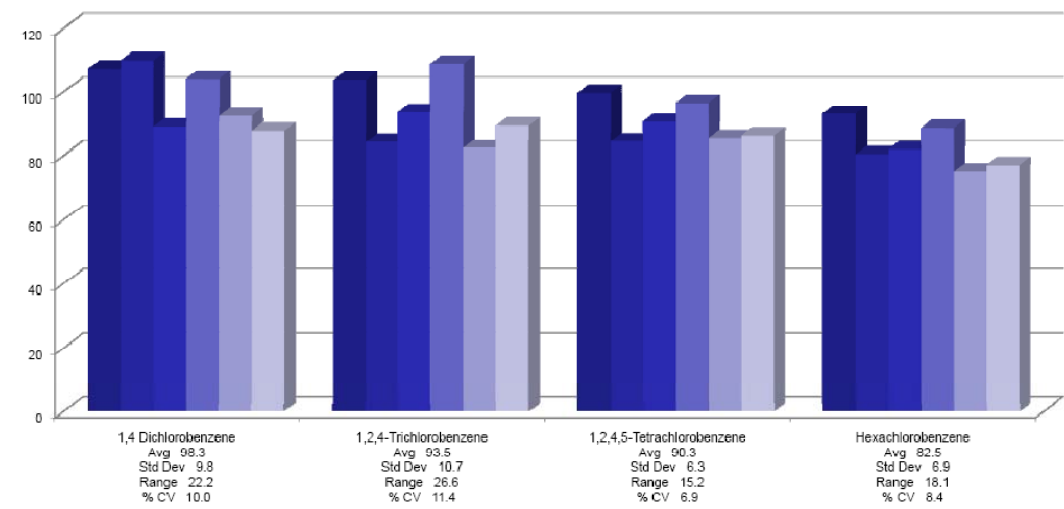
在 AccuVap 浓缩系统中，乙酸乙酯被转换成异辛烷并定容到 1.5ml,最后转移至气相小瓶进行分析，整个过程全部由 PrepLinc 完成，无须人工操作。

AccuVap Method				
Sample Interval 20 s	Exchange 1	2000 uL Isooctane	Exchange 3	2000uL Isooctane
Sample Intro Zone Settings		Heat = 55 / Vac = 230		Heat = 60 / Vac = 220
Zone 1 Heat = 20/Vac = 250		Mixes = 1		Mixes 2
Zone 2 Heat = 53/Vac = 250				
Zone 3 Heat = 55/Vac = 230	Exchange 2	2500uL Isooctane	Transfer	8000 uL
Endpoint Level Sensor		Heat = 55 / Vac = 250		
Zone 1 Heat = 53/Vac = 250		Mixes = 1		
Zone 2 Heat = 53/Vac = 250				

气相分析条件

HP6890+ECD， Rxi-5sil MS 柱， 30mX.25X.25， 色谱条件略。

结果



J2 Scientific 公司的 PrepLinc 系统是非常适用于饮用水的分析，尽管通常意义上，饮用水相对干净，但是样品前处理过程仍然相当繁琐，而且在这个过程中有可能损失一部分挥发性样品。氯代苯的分析非常困难，归因于二氯苯的易挥发性，尤其是 1,4-异构体。然而在使用 AccuVap 自动浓缩系统对样品进行浓缩及转换到异辛烷的过程中，表现出非常好回收率。