

Short Notes No 2 – 8270D

US EPA 8270D方法—GC/MS分析中的半挥发有机化合物

Data from Eastman Chemical Company
Susie Petitti, Horizon Technology, Inc., Salem, NH, USA

介绍

U.S. EPA SW-846 8270D方法用于定量测定多种固体废物如土壤、空气采样介质及水样等的萃取物中半挥发性有机化合物的浓度。利用3535A方法，该方法中使用的固相萃取技术（SPE）与传统的液液萃取技术（LLE）相比，SPE有更多的优势。另外，利用快速、大体积进样技术可以省去通常样品萃取后的浓缩步骤。使用自动SPE和LVI技术代替传统的LLE，可以节省人力，降低费用，提高数据的精确度和准确度，减少溶剂如二氯甲烷的使用量，并减少操作周期，从几天到几小时。

仪器

1. Horizon Technology SPE-DEX~ 4790全自动萃取系统
2. HP 6890 GC and HP 5973 MSD
3. ATAS OPTIC2 PTV-可程序升温进样器
4. 进样口衬管--SGE (P/N IL020202)
5. 色谱柱: 0.25mm内径, 0.50um膜厚, 30m Restek Rtx-5柱

方法概述

- 1) 样品量500-1000ml
- 2) 调节样品的PH值< 2
- 3) 加入替代物到样品瓶
- 4) 把样品瓶装载在萃取工作站
- 5) 运行方法
- 6) 约15分钟后，收集管中收集到10-15ml的萃取物
- 7) 硫酸钠干燥萃取物
- 8) 稀释萃取物至30ml
- 9) 取1ml萃取物加入GC自动进样的小瓶
- 10) 加入内标物
- 11) 分析

结果

SPE-DEX4790全自动萃取系统常用于环境基质的水样如废水、地下水和地表水的固相萃取过程。这些样品装在合适的容器内运到实验室。每个样品中加入用来监测方法性能的替代物。为能直接放置在SPE-DEX全自动萃取系统上，需在样品容器上拧上适

配器（Horizon Technology, Inc.）。萃取盘（DVB Speedisk #8067-06, J.T. Baker）放在萃取工作站上。选择合适的萃取方法并开始萃取步骤。通过可编程的SPE-DEX控制器控制所有的萃取步骤如吹扫、预湿、上样、加溶剂和清洗都将自动进行。萃取后的样品约12-15 ml收集在萃取盘下面的收集瓶中。经硫酸钠干燥后，样品准备通过LVI进样、GC-MS分析。

全自动固相萃取系统的萃取方法

步骤	溶剂	浸泡时间SEC	干燥时间SEC
预湿 1	二氯甲烷	60	60
预湿 2	丙酮	60	60
预湿 3	水	60	60
预湿 4	水	60	60
上 样			
空气干燥			60
洗脱 1	丙酮	60	10
洗脱 2	二氯甲烷	60	10
洗脱 3	二氯甲烷	60	10
洗脱 4	二氯甲烷	60	10

萃取盘使用J. T. Baker Speedisk™ DVB

表 1: SPE-DEX控制器内设定并运行SW-846 8270D的萃取方法

在日常实验中使用SPE前，实验室应通过8270D方法的典型化合物的回收率来评估此方法。通过分析纯净水（实验室质控标准），废水和地下水来比较固相萃取方法和液液萃取方法。这些基质代表了实验室常接收的大多数的水基体。表格1中的数据比较了试剂水（纯净基质）的不同萃取方法的萃取效率。

表2 8270D方法半挥发化合物的液液萃取和固相萃取比较

	Laboratory Control Sample Spiked @ 20 PPB			
	Liquid-Liquid		Automated SPE	
	% Rec	Std Dev (ppb)	% Rec	Std Dev (ppb)
1,4-Dichlorobenzene 1,4-二氯苯	68	0.8	65	1.5
N-Nitroso-di-n-propylamine	93	0.4	90	0.4
1,2,4-Trichlorobenzene 1,2,4-三氯代苯	75	0.6	76	1.2
Naphthalene萘	88	0.1	78	1.2
2-Methylnaphthalene2-甲基	85	0.7	76	0.8

美国莱伯泰科公司, LabTech, Inc.

Acenaphthylene 芴烯	90	0.7	89	0.5
Acenaphthene 芴	90	0.7	87	0.5
2,4-Dinitrotoluene 2,4-二硝基甲苯	78	0.6	93	0.5
Di-methylphthalate 邻苯二甲酸二甲酯	84	1.0	97	0.7
Diethylphthalate 邻苯二甲酸二乙酯	90	0.4	100	0.7
Fluorene 芴	92	0.5	94	1.0
Phenanthrene 菲	101	0.7	100	0.7
Anthracene 蒽	102	0.7	96	0.8
Di-n-butylphthalate 邻苯二甲酸二丁酯	96	0.7	91	0.8
Fluoranthene 荧蒽	103	0.6	96	1.0
Pyrene 芘	90	1.4	96	1.1
Butylbenzylphthalate 邻苯二甲酸丁苄酯	82	0.8	86	1.1
Benzo[a]anthracene 苯并(a)芘	91	1.0	88	0.9
Chrysene 苯并(b)荧蒽	91	1.2	97	1.1
bis(2-Ethylhexyl)phthalate 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	81	0.8	76	0.7
Di-n-octylphthalate 邻苯二甲酸二辛酯	82	2.3	70	0.7
Benzo[b]fluoranthene 苯并(b)荧蒽	93	1.1	74	1.5
Benzo[k]fluoranthene 苯并(k)荧蒽	87	1.1	100	1.2
Benzo[a]pyrene 苯并(a)芘	87	0.7	87	0.8
Ideno[1,2,3-cd] pyrene 芘并(1,2,3-cd)芘	92	0.9	102	1.0

表3列出在常规实验室分析中用于评估方法的部分化合物的回收率。废水、河水和纯净水（试剂水）中除苯酚添加浓度200ppb外，其他化合物浓度为100ppb。样品通过SPE萃取和PTV注射技术进行分析。

表3 废水排出物的液液萃取和固相萃取比较

化合物	标定 100 PPB			
	废水 ¹		地下水 ¹	
	LLE	ASPE	LLE	ASPE
% Rec	% Rec	% Rec	% Rec	
Nitrobenzene d-5 Surr	43.2	79	62.8	73.6
2-Fluorobiphenyl Surr	40.4	84	54.7	72.2
Terphenyl d-14 Surr	21.7	58	34.3	27.2
1-4 Dichlorobenzene 1,4-二氯苯	30.5	67	54.9	47.5
N-Nitroso-di-n-propylamine	39.1	70	63.8	73.4
1,2,4-Trichlorobenzene 1,2,4-三氯代苯	36.4	74	58.4	63.9
Acenaphthene 芴	37.5	83	58.7	75.4
2,4- Dinitrotoluene 2,4-二硝基甲苯	40.4	90	72.3	88.7
Pyrene 芘	35.1	73	53.5	57.2

结论

表3列出了实验室的废水和地下水的平均历史数据。液液的数据是通过传统方法如萃取后浓缩到1ml和注入1ul体积得到的。全自动SPE固相萃取结合LVI进样技术在实际环境样品分析中比传统技术明显优势。

全自动固相萃取结合大体积进样技术，使环境实验室省去半挥发性化合物分析在萃取后的浓缩步骤的新方法。可以节省人力，降低费用，减少溶剂的使用量和操作周期，提高数据的精确度和准确度。