

饲料中多氯联苯与六氯苯的测定

摘要

本方案参考标准“GB/T 34270-2017 饲料中多氯联苯与六氯苯的测定 气相色谱法”来进行相关实验的分析。本实验使用了莱伯泰科高效快速溶剂萃取仪（HPSE）提取饲料中的多氯联苯与六氯苯，MultiVap-10 多通道平行浓缩仪浓缩，硫酸磺化，全自动高通量平行浓缩仪（M64）浓缩后用气相色谱仪进行检测的一整套方法，该方法能够快速、稳定地达到实验的要求，可以提供领域范围内的良好应用。

该方案可以实现自动化、高通量的萃取和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差，提高实验效率。检测结果证明使用莱伯泰科的高效快速溶剂萃取仪萃取，多通道平行浓缩仪和高通量平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词：

饲料；六氯苯；多氯联苯；快速溶剂萃取；浓缩；GB/T 34270-2017

1. 仪器设备

MiniLab 3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科；

HPSE 高效快速溶剂萃取仪，莱伯泰科；

MultiVap-10 多通道平行浓缩仪，莱伯泰科；

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科；



2. 标准溶液配制

使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台进行标准溶液的配制，设置程序，仪器自动配置 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的工作曲线，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

3. 样品前处理

称取约 10g (精确至 0.001g) 试样于研钵中, 加入 1g 硅藻土, 研磨均匀后装填至 34mL 的萃取罐中。上机萃取, 萃取液收集到 50mL 浓缩杯中, 待浓缩, 具体实验参数如表 1 所示。

将浓缩杯置于 MultiVap-10 多通道平行浓缩仪中, 浓缩温度 32℃, 压力 1psi, 在定容模式下浓缩至 1mL, 然后置换溶剂为正己烷, 再加入 4mL 正己烷, 转移至 15mL 离心管待净化。

加入 1mL 浓硫酸, 涡旋 30s, 离心 5min, 弃掉下部硫酸层, 重复上述操作直至有机相无色, 加入适量饱和硫酸钠水溶液, 振荡, 静置, 弃掉水相, 重复洗涤直至水相 pH 为 7。取有机相使用 M64 在 32℃, 压力 1psi 下浓缩至 1mL 以下, 正己烷定容至 1mL, 涡旋 30s, 滤膜过滤后上气相色谱测定。

表 1HPSE 萃取条件

萃取罐体积 /mL	34	萃取温度 /℃	100
压力 /MPa	10.34	加热平衡时间 /min	5
循环次数 / 次	1	静态萃取时间 /min	10
冲洗体积 /%	60	氮吹时间 /s	90
萃取溶剂	丙酮: 正己烷 1: 1		

4. 仪器条件

色谱柱: DB-1701 (30m*0.32mm*0.25μm) ;

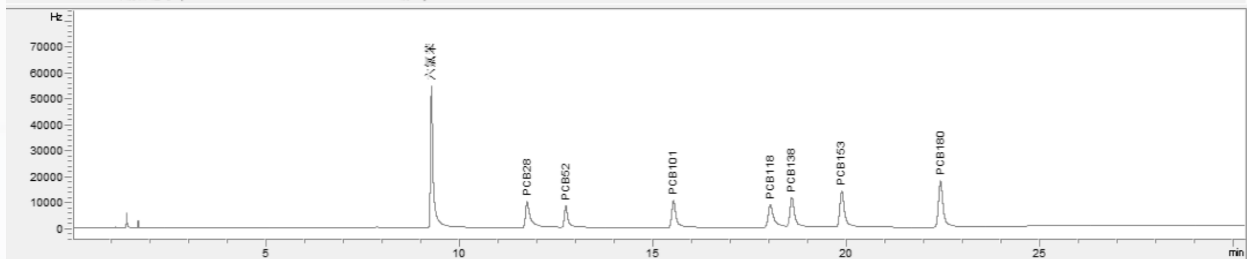


图 1 多氯联苯和六氯苯标品色谱图

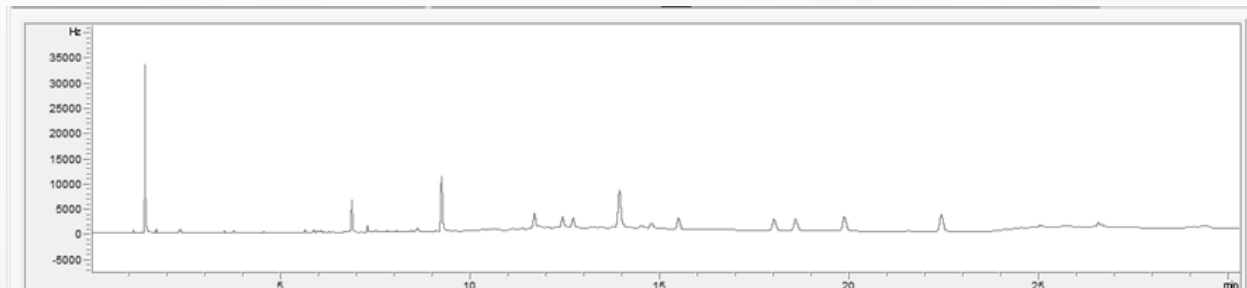


图 2 样品加标色谱图

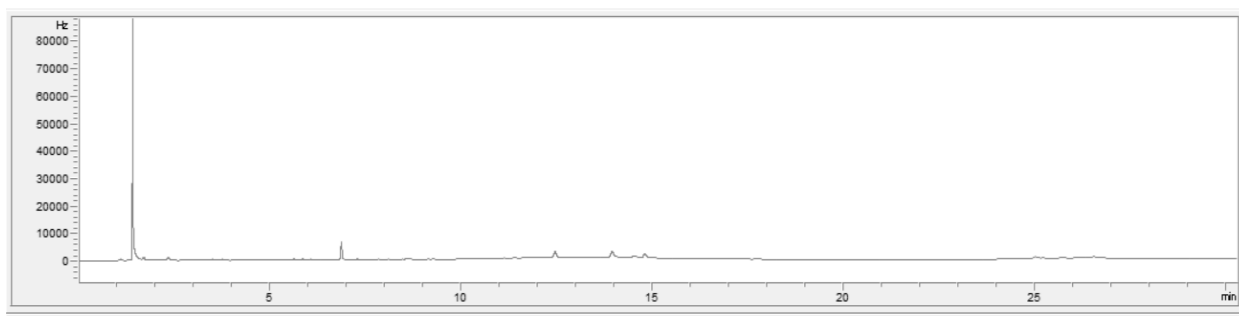


图 2 样品加标色谱图

5. 结论

5.1 标准曲线

用 MiniLab 3000 配置的标准曲线，相关系数 r 范围为 0.999-1.000，相关系数良好。

5.2 准确性、精密度

通过莱伯泰科高效快速溶剂萃取仪（HPSE）提取、M64 高通量平行浓缩仪及 MultiVap-10 多通道平行浓缩仪浓缩进行饲料中多氯联苯与六氯苯物质的前处理，经 GC 分析，样品的加标回收率在 72.5~106.2%，RSD 在 3.0~9.7%。

6. 方案特点

加压流体萃取 - 气相色谱法测定饲料中多氯联苯与六氯苯这一实验中，50mL 浓缩杯兼容 HPSE 和 MultiVap-10，中间无需转移，有效的减少目标物损失，提高样品回收率。莱伯泰科 HPSE 高效快速溶剂萃取仪、MultiVap-10 多通道平行浓缩仪和 M64 高通量平行浓缩仪可以快速、稳定地达到实验的要求。

参考文献：GB/T34270-2017 饲料中多氯联苯与六氯苯的测定气相色谱法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号