

第二章 半挥发性有机物 SVOC

GC 法测定土壤中六六六和滴滴涕含量

摘要: 本文利用岛津公司 GC-2018 气相色谱仪,建立了土壤中六六六和滴滴涕的测定方法,在标准曲线浓度范围 20~300 ng/mL 内,各组分线性关系良好,相关系数 R 大于 0.9992,峰面积重复性良好,RSD% 小于 6.145%,该方法灵敏度高,操作简单,可用于土壤中六六六和滴滴涕的测定。

关键词: GC-2018 六六六和滴滴涕 土壤

土壤中六六六和滴滴涕的测定,国标 GB/T14550-93 中采用填充柱,这种柱填充烦琐,而且不稳定,重复性差柱温只能设一个。本法采用较多使用的毛细管柱,安装上即可使用。方法操作简单,而且柱程序升温,分离效果好,实验结果满意。该方法简便、快速、灵敏、准确,可满足土壤中六六六和滴滴涕的测定。

1. 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪: GC-2018 气相色谱仪

1.2 分析条件

GC-2018 分析条件:	(1min) <u>6°C/min</u> 230°C(20min)
色谱柱: InertCap 17,30m × 0.25mm × 0.25μm	进样方式: 分流,分流比 10: 1
进样口温度: 250°C	柱流量: 2ml/min
柱温程序: 50°C (1min) <u>30°C/min</u> 180°C	ECD: 300°C

2. 样品的制备

称取土壤样品 10 g,于具塞三角瓶中,用丙酮:石油醚=1: 1 溶剂 15 mL 浸泡 30 min,超声波提取 30 min,静置,取上层液 1 mL,用 0.2 μm 滤膜过滤后进行分析。

3. 结果与讨论

3.1 标准色谱图

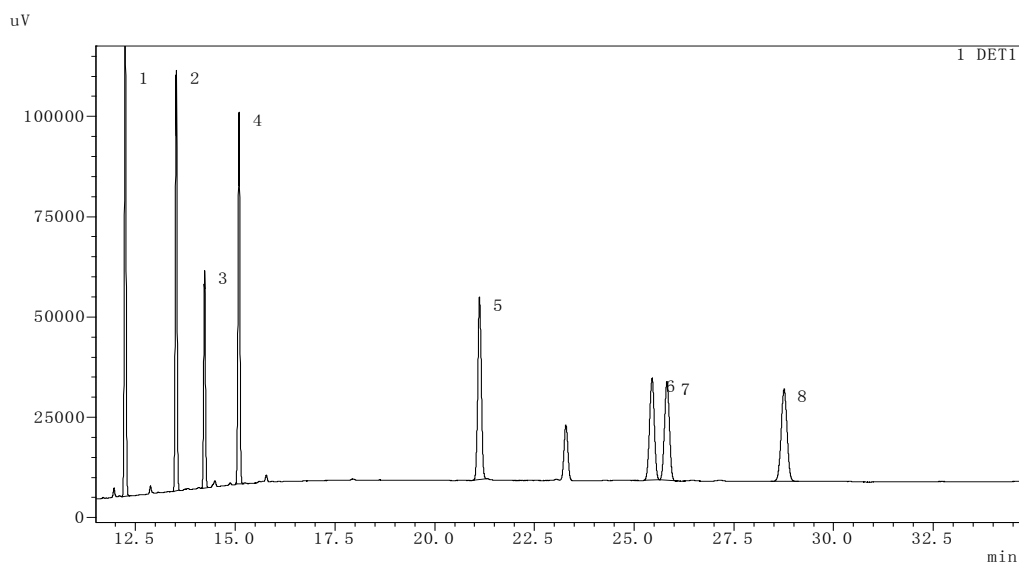


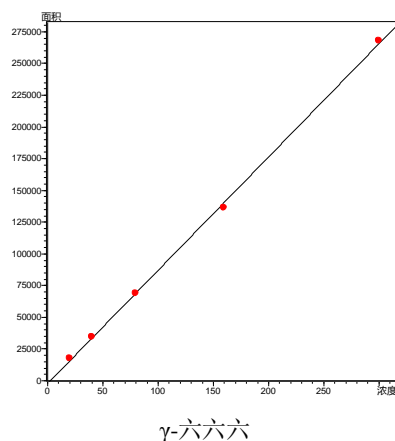
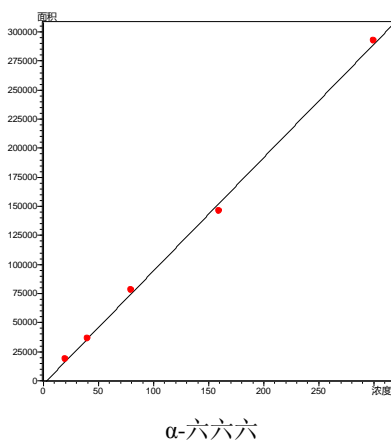
图 1. 标准样品色谱图

表 1. 标液组分信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	α -六六六	alpha-HCH	319-84-6	12.270
2	γ -六六六	gamma-HCH	58-89-9	13.546
3	β -六六六	beta-HCH	319-85-7	14.255
4	δ -六六六	delta-HCH	319-86-8	15.119
5	p,p,-DDE	p,p,-DDE	72-55-9	21.172
6	o,p,-DDT	o,p,-DDT	789-02-6	25.505
7	p,p,-DDD	p,p,-DDD	72-54-8	25.884
8	p,p,-DDT	p,p,-DDT	50-29-3	28.830

3.2 标准曲线

使用石油醚配制混合标准系列，浓度为 20、40、80、160、300 $\mu\text{g/L}$ 。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，各组标准曲线如图 2 所示，部分标准曲线相关系数及检测限见表 2。



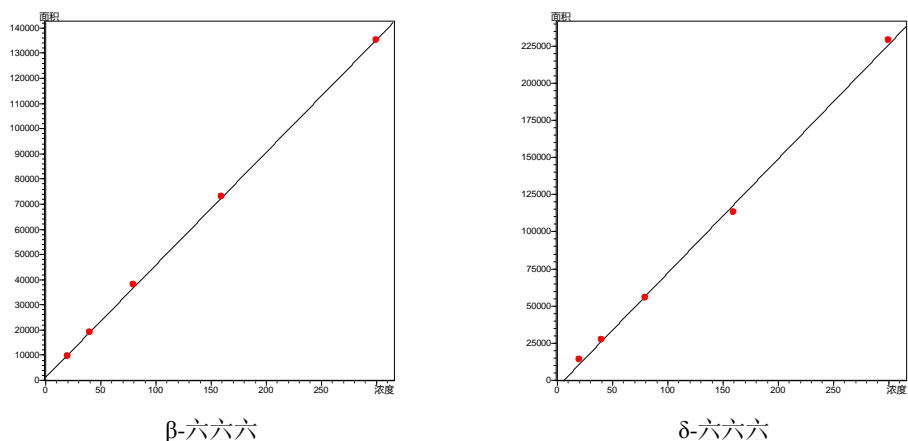


图 2.标准曲线

表 2. 目标化合物标准曲线相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检测限 (mg/kg)
1	α -六六六	0.9993	0.00048
2	γ -六六六	0.9996	0.00053
3	β -六六六	0.9999	0.00081
4	δ -六六六	0.9992	0.00083
5	p,p'-DDE	0.9999	0.00117
6	o,p'-DDT	0.9999	0.00224
7	p,p'-DDD	0.9999	0.00226
8	p,p'-DDT	0.9999	0.00262

3.3 重复性

用浓度为 200 ng/mL 标准溶液，重复进样 6 次，面积重复性良好，详细结果见表 3

表 3 各组分化合物峰面积重复性结果 (n=6)

组分名称	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
α -六六六	185,314	192,169	190,191	187,124	201,968	214,035	195,133	5.601
γ -六六六	172,392	179,094	177,672	174,550	186,053	192,175	180,323	4.135
β -六六六	88,971	91,767	92,335	91,231	94,941	103,190	93,739	5.347
δ -六六六	144,092	151,629	149,652	146,925	159,934	169,445	153,613	6.145
p,p'-DDE	152,517	153,967	157,167	161,334	152,637	159,760	156,230	2.415
o,p'-DDT	112,697	114,222	111,407	113,689	111,258	111,033	112,384	1.208
p,p'-DDD	109,822	111,561	116,577	113,967	109,753	118,846	113,421	3.288
p,p'-DDT	123,109	117,176	115,082	122,286	122,514	114,926	119,182	3.251

3.4 回收率测试

将高浓度混标溶液加入空白土壤中，配制成 100 ng/mL 的浓度，按照样品前处理方法制备，平行 5 次，回收率见表 4。

表 4 加标回收率测试结果 (n=5)

No.	组分名称	平均回收率	RSD%
1	α -六六六	101.84	0.766
2	γ -六六六	102.75	3.179
3	β -六六六	97.08	5.389
4	δ -六六六	105.30	4.045
5	p,p'-DDE	102.49	2.657
6	o,p'-DDT	101.26	4.901
7	p,p'-DDD	97.18	3.305
8	p,p'-DDT	96.84	7.379

3.5 实际样品测定

取土壤为实际样品，测试结果见表 5

表 5 实际样品测试结果

No.	组分名称	测试结果 (mg/kg)
1	α -六六六	0.00625
2	γ -六六六	0.00677
3	β -六六六	N.D
4	δ -六六六	N.D
5	p,p'-DDE	0.00625
6	o,p'-DDT	N.D
7	p,p'-DDD	N.D
8	p,p'-DDT	0.00641

注 N.D 为未检出

4 结论

本文采用岛津公司气相色谱仪(GC-2018)分析土壤中的六六六和滴滴涕。在标准曲线浓度范围 20~300 ng/mL 内，各组分线性关系良好，相关系数 R 大于 0.9992，峰面积重复性良好，RSD% 小于 6.145，该方法灵敏度高，操作简单，可用于生活饮用水中六六六和滴滴涕的测定。