

海洋沉积物中多氯联苯的测定*

张添佛 古堂秀 徐贤义

(中国科学院海洋研究所)

提取海洋沉积物中的多氯联苯(PCBs),常用正己烷、正己烷-丙酮、正己烷-异丙醇或苯-甲醇等萃取。在分离上,常用氢氧化钠水解法;氧化铝-活性碳层析柱法;硅胶-Celiti层析柱法;或先用氧化铝柱分离,后用硅胶柱分离。这些方法^[1-2]操作均较为烦琐。我们用石油醚(30—50°C馏分)-丙酮提取沉积物中的PCBs,用无水硫酸钠-弗罗里土-氧化铝-硅胶混合层析柱一次净化,得到较为满意的结果。

一、装置和试剂

1. 仪器装置

Perkin-Elmer F-17气相色谱仪; Ni⁶³电子捕获检测器; 层析柱(50cm×0.9cm); 三球浓缩装置。

2. 试剂和材料

多氯联苯标准: Aroclor 1254, 用处理过的丙酮配制成60mg/μl的标准液, 在冷暗处保存; 丙酮: 分析纯, 用全玻分馏器, 分馏两次; 石油醚: 分析纯, 两次分馏, 取30—50°C馏分; 玻璃棉, 用处理过的正己烷在索氏提取器提取12小时, 于200°C加热12小时, 硅烷化处理; 无水硫酸钠: 分析纯, 用处理过的正己烷在索氏提取器提取24小时, 于350°C加热12小时, 用磨口棕色瓶于干燥器内保存; 中性氧化铝: 分析纯, 于600°C加热4小时, 冷却后用5%重量的去有机物的蒸馏水振动30分钟, 局部去活化, 密封保存; 弗罗里土: 于600°C加热4小时, 冷却后用5%水局部去活化, 密封保存; 硅胶: 于350°C加热8小时, 于130°C加热12小时, 用3%重量的去有机物的蒸馏水去活化, 密封保存。

3. 气相色谱条件

色谱柱: 2m×3.2mm(内径)环形玻璃柱; 载体: Chromosorb W. AW DMCS 80—100目; 固定液: 1.5% OV-17+1.95% QF-1; 载气为高纯氮气, 流速80ml/min; 柱温为200°C; 注入口温度为250°C; 检测器温度为250°C。

二、实验操作

1. 样品的处理和提取

沉积物样品用采泥器取样, 除去石砾、贝壳和粗大的有机物, 冰冻干燥或在盖下空气干燥。用研钵捣碎, 于密封的铝箔内保存。

称取10.00g样品, 加入到100ml的磨口锥形瓶中(带塞), 加入10ml丙酮, 振摇10分钟后, 加10ml石油醚, 重新振摇20分钟, 静置过夜, 把萃取液倾于试管内, 再加10ml石油醚到锥形瓶中(上述操作重复三次), 将合并的萃取液于三球浓缩装置浓缩至1ml。

2. 样品的脱水、净化和浓缩

在一根长为50cm, 内径为0.9cm的层析柱下端填小量玻璃棉, 加入8g硅胶、1g中性氧化铝、1g弗罗里土和1g无水硫酸钠。装好的层析柱用40ml石油醚预洗, 当液面到无水硫酸钠层顶部时, 加入浓缩的萃取液, 并用1ml石油醚洗盛萃取液容器, 重复清洗3次, 液面到无水硫酸钠层顶部时, 加60ml石油醚以重力流速洗脱, 除去前面10ml, 收集后面的洗脱液, 将洗脱液用三球浓缩装置依次在40、50和60°C

* 中国科学院海洋研究所调查研究报告第890号。

本工作得到纪明侯教授指导, 谨致谢忱。

的水浴中蒸发至干。准确加入0.2ml 苯，充分混合后，立即注入色谱仪。

回收实验操作同前，用PCBs的五个峰高和定量。

三、结果和讨论

加PCBs标准的沉积物（除 PCBs），实验全过程（包括样品处理、提取、净化和浓缩）的回收率见表1。用本法测定沉积物PCBs的结果见表2。沉积物样品 PCBs 的色谱见图。从上面的结果看出，经过实验全过程，对于沉积物 PCBs 的回收率是较高的。本法对于海洋沉积物PCBs的常规分析是满意的。

国外报道的常规分析方法中，常用湿法萃取，KD 浓缩器浓缩和经过两个层析柱净化。

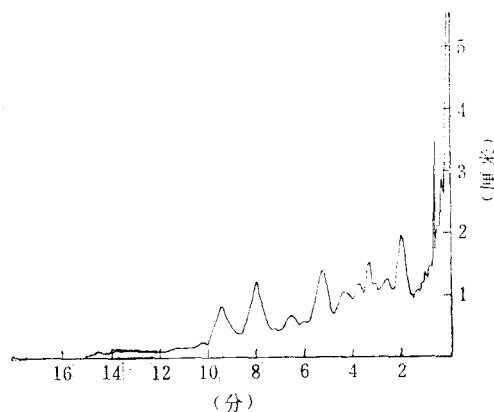
表1 多氯联苯的回收率

样品号	回收率(%)	样品号	回收率(%)
A ₁	77.7	C ₂	86.7
A ₂	77.7	D ₁	84.3
B ₁	73.3	D ₂	83.3
B ₂	82.3	E ₁	85.7
C ₁	83.3	E ₂	85.7
		平均	82.0

表2 沉积物中多氯联苯的测量结果¹⁾

样品号	1	2	3	4	5
平均浓度(ppb)	11.30	14.13	14.73	15.57	15.20
标准偏差	±2.24				

1) 五个样品，25次测量结果。



海洋沉积物多氯联苯色谱图

本法从沉积物中提取PCBs是用丙酮-石油醚，萃取溶剂分开加入。因为丙酮是亲水性的有机溶剂，它能渗透到沉积物里，破坏沉积物和有机质的聚合，使样品呈现完全分散状态，再加入石油醚，即有利于萃取沉积物中的PCBs。本法使用低沸点的石油醚，空白较易降低，浓缩时不需要使用KD 浓缩装置，而用简单的三球浓缩装置就可在低温下完成，可减少样品的丢失。净化步骤使用无水硫酸钠-佛罗里土-氧化铝-硅胶混合层析柱，样品净化可一次完成。佛罗里土和氧化铝可除去极性共提物，硅胶可分离有机氯农药和PCBs。

本法前处理使用的装置和设备较为简单，净化步骤一次完成，这对于海洋环境监测和调查是方便的。

主要参考文献

- [1] 日本分析化学会关东支部编，1972。公害分析指针（6）。共立出版株式会社，45—56页。
- [2] Arolour, J. A. et al., 1970. *J. AOAC.* 53:761—768.

DETERMINATION OF POLYCHLORINATED BIPHENYLS IN MARINE SEDIMENTS

Zhang Tianfu, Gu Tangxiu and Xu Xianyi

(Institute of Oceanology, Academia Sinica)

Abstract

A convenient method is described for the determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in sediments. PCBs are extracted with acetone-petroleum ether (30—50°C fraction) and measured on a gas chromatograph with an electron capture detector after clean-up on a sodium sulfate-florisil-alumina-silica column.