

基于四通道色谱分离仪快速检测 土壤中的低浓度多氯联苯

马露瑶^{1,2} 李清波⁴ 滕应¹ 涂晨³ 李振高¹ 吴鹏⁵ 骆永明^{*1,2,3}

- (1. 中国科学院南京土壤研究所土壤环境与污染修复重点实验室, 南京 210008;
2. 中国科学院研究生院, 北京 100049; 3. 中国科学院烟台海岸带研究所, 烟台 264003;
4. 大连海事大学环境科学与工程学院, 大连 116026; 5. 天津大学化工学院, 天津 300072)

摘要: 为快速准确检测土壤中 21 种低浓度多氯联苯(PCBs)的含量,建立了以丙酮-正己烷(1:1, V/V)为萃取剂超声提取,四通道色谱分离仪对提取液进行分离和净化的前处理方法。采用氮吹法将前处理的样品浓缩至 50 μL 以下,以 PCB 54 作为内标,利用气相色谱-⁶³Ni 微电子捕获检测器(GC-ECD)进行定量测定。土壤中 21 种 PCBs 的回收率为 68.6%~102.3%,相对标准偏差为 2.2%~9.9%,方法检出限为 1.21~4.67 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。采用所建方法对长江三角洲地区经长期植物修复后的 PCBs 污染土壤和无污染的农田土壤进行检测,结果显示,修复后的土壤 PCBs 总量为 $99.88 \pm 3.97 \mu\text{g}/\text{kg}$,无污染农田土壤 PCBs 总量为 $69.01 \pm 2.19 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

关键词: 多氯联苯;土壤;四通道色谱净化仪;质量控制;气相色谱-⁶³Ni 微电子捕获检测器

中图分类号: O657.7, X830.5 文献标识码: A 文章编号: 1000-0720(2014)08-0869-06

多氯联苯(PCBs)是美国毒性物质及疾病登记署(ATSDR)优先控制的十大污染物之一^[1],也是被《斯德哥尔摩公约》列为首批控制消除的 12 种污染物之一^[2]。PCBs 在自然环境中化学性质稳定,疏水亲脂性使其可通过食物链富集,对生物体具有致癌、致畸、致突变的“三致效应”以及内分泌干扰作用,严重影响了生态平衡和人类的生命安全^[3-6]。土壤 PCBs 污染直接影响了农产品安全从而危及人类健康,因此,土壤 PCBs 的快速检测方法一直受到广泛的关注^[7,8]。

目前,国际上对 PCBs 的研究方法较多,如美国 EPA1668A 和 EPA8082A 对不同介质中 PCBs 的 GC 分析技术进行了规范^[9,10]。据文献报道,目前 PCB 单体在环境中的含量非常低,低含量的 PCBs 检测分析极易受到干扰,因此,建立准确、灵敏的前处理分离和净化方法极为重要。常用的提取土壤 PCBs 的方法主要有索氏提取、微波萃取、超声提

取、溶剂萃取和固相萃取等,净化方法主要有磺化法、干法或湿法自装填料的层析柱净化法和固相萃取柱(SPE)净化法等^[6,13-16]。

本方法选用李清波等自主研发的四通道色谱分离仪^[17-19]对土壤提取液进行分离净化。目前,该仪器已成功应用于大气 POPs^[20,21]和土壤样品中 DDT 的研究^[17],对于土壤中 PCBs 的净化效果尚不明确。

本研究建立了四通道色谱分离仪净化土壤中 PCBs 提取液的方法,进行了土壤样品 PCBs 分析方法的质量保证/质量控制(QA/QC)研究,以确保分析结果的准确性和精确度,从而达到快速、准确检测少量土壤样品中低含量 PCBs 的目的。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Agilent 7890A GC-ECD(Agilent 7890A GC-5975C MSD),配自动进样器(美国安捷伦公司);

收稿日期: 2014-02-26

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(41230858)和国家自然科学基金青年基金项目(41201313)资助

E-mail: ymluo@yic.ac.cn

自主研发的四通道色谱分离仪^[18,19]; BUCHI 旋转蒸发仪; 氮吹仪。

21 种 PCBs 混合标准样品: PCB8, 18, 28, 44, 52, 66, 77, 101, 105, 118, 126, 128, 138, 153, 170, 180, 187, 195, 200, 206, 209, 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶于正己烷中。内标物质为 PCB54, 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶于正己烷中。替代物标准物质为四氯-间-二甲苯 (TCmX, 2, 4, 5, 6-tetrachloro-m-xylene), 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶于正己烷中。上述标准样品均购于 AccuStandard 公司。

异辛烷 (色谱纯, Sigma 公司); 正己烷 (色谱纯, Tedia 公司); 其余有机试剂 (国药集团), 经全玻璃系统重蒸后使用。

色谱分离柱填料: 无水 Na_2SO_4 ; 48 μm 中性氧化铝 48 μm 硅胶。色谱分离柱, 专利申请号: 201310275489.9。色谱分离柱填料购于赛茨 (大连) 科技公司。

1.3 样品前处理

1.3.1 污染土样的制备 供试土壤为烟台凤凰山未受人类扰动的自然黄棕壤, 土壤 pH 为 5.32, 有机质含量为 32.28 g/kg。称取 1.00 g 冷冻干燥后过 0.30 mm 筛的土壤样品, 设置 7 份平行样品, 加入丙酮溶解的 20 ng/mL PCBs 混合标样 1 mL, 涡旋振荡均匀后, 置于通风橱中 24 h。提取之前分别加入 20 ng 替代物标准物质 TCmX。实验同时设置溶剂空白对照组和土壤空白对照组。

1.3.2 土壤 PCBs 的提取 加入丙酮和正己烷 (1:1, V:V) 20 mL, 25 $^{\circ}\text{C}$ 超声提取 15 min, 1500 r/min 离心 5 min, 合并 3 次提取液, 旋转蒸发近干, 用 1 mL 色谱纯正己烷替换 3 次提取液, 定容至 1 mL。

1.3.3 净化方法的优化 采用自主研发的四通道色谱分离仪净化提取液 (如图 1)。四通道色谱净化仪工作系统处于密闭状态, 可以同时净化 4 个样品。净化溶剂置于 2L 棕色试剂瓶中, 瓶口进行密封处理。色谱净化柱为长 22.7 cm, 直径 10 mm 的玻璃柱, 固定在仪器内部, 上端与导液管相连, 下端通过直径为 1 mm 的小孔与收集瓶相连。工作过程密闭, 机械控制, 实验人员需根据不同污染物的洗脱曲线设定压力和溶剂体积。

四通道色谱净化仪净化、洗脱 21 种 PCBs 的回收率研究: 在色谱净化柱中装入特制的筛板, 加入 5 g 填料。仪器工作正压和负压分别设为 167 kPa 和 70 kPa, 以 2 mL 正己烷活化、平衡色谱净化

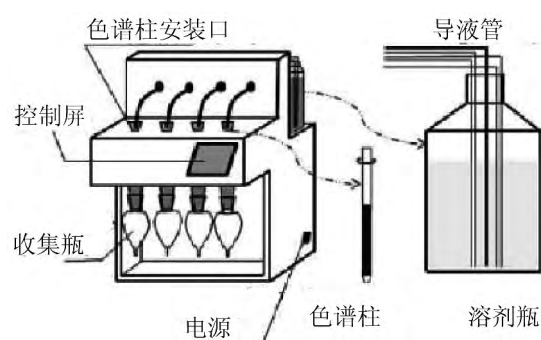


图 1 四通道色谱分离仪示意图^[17]

Fig. 1 Schematic representation of four-channel purification chromatograph

柱 3 次后, 向色谱净化柱中加入 20 ng/mL PCBs 混合标样 1 mL, 用 2 mL 正己烷逐次净化、洗脱 PCBs, 分别收集每次洗脱液, 浓缩至 50 μL , 加入 10 ng 内标 PCB54, 用 GC-ECD 检测 21 种 PCBs 的每次洗脱回收率。

1.3.4 提取液的净化 在色谱净化柱中装入特制的筛板, 加入 5 g 填料。仪器工作正压和负压分别设为 167 kPa 和 70 kPa, 以 2 mL 正己烷活化、平衡色谱净化柱 3 次后, 加入提取液, 用正己烷分 5 次净化、洗脱 PCBs, 每次 2 mL, 收集瓶共计收集 10 mL 洗脱液。

1.3.5 3 种净化方法的比较 选用层析柱法^[22]、SPE 净化柱^[23]和四通道色谱净化仪分别对土壤提取液进行净化, 对 3 种方法的平均净化时间、消耗溶剂体积、收集的洗脱液体积和净化回收率进行考察。

1.3.6 PCBs 的检测 将上述洗脱液氮吹至近干, 用 1 mL 正己烷替换 3 次净化液, 转移至配有 50 μL 衬管的棕色进样瓶中, 加入 10 ng 内标 PCB54。以异辛烷为溶剂, 配置浓度梯度为 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500 ng/mL 的标准曲线。GC-ECD 测定标准曲线和待测样品的组分及含量。

1.4 GC 条件

GC-MS 色谱条件: DB-5MS 毛细管柱: 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm (美国安捷伦公司)。载气为高纯氦气 (纯度 99.999%)。进样量 1 μL 不分流进样, 进样口温度为 300 $^{\circ}\text{C}$, 流速为 1 mL/min, EI (离子电离源) 检测器温度为 300 $^{\circ}\text{C}$ 。GC 升温程序: 起始温度 120 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 210 $^{\circ}\text{C}$, 以 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 230 $^{\circ}\text{C}$ 保持 4 min, 以 0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 232 $^{\circ}\text{C}$, 再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 270 $^{\circ}\text{C}$ 保持 6 min。GC-MS 用于分析 PCBs 的保留时间。

GC-ECD 色谱条件: DB-5MS 毛细管柱: 30 m

× 0.25 mm × 0.25 μm(美国安捷伦公司)。载气为高纯氮气(纯度 99.999%),进样量 1 μL,不分流进样,进样口温度为 300 °C,流速为 1 mL/min, ECD 检测器温度为 300 °C。GC 升温程序与 GC-MS 测定时相同。

2 结果与讨论

2.1 色谱净化柱净化 21 种 PCBs

四通道色谱分离仪以 2 mL 正己烷为洗脱溶剂,分次洗脱 21 种 PCBs,计算回收率。前 4 次洗脱后 PCBs 的回收率均高于 90%,仅有 PCB 118 在第 5 次洗脱液中仍有检出,5 次正己烷洗脱 21 种 PCBs 的回收率为 91.8% ~ 105.3%,满足 EPA 8080A 对土壤 PCBs 回收率的要求。因此,本研究选用 10 mL 正己烷作为洗脱溶剂,分 5 次,每次 2 mL 洗脱,净化土壤 PCBs 提取液。将洗脱溶剂体积和洗脱次数输入四通道色谱净化仪,自动计算出在正压和负压分别为 167 kPa 和 70 kPa 的条件下,同时净化 4 个样品的时间为 395 s。

四通道色谱净化仪对土壤样品净化效果如图 2 所示,净化后的土壤样品中杂质峰明显减少,杂质含量显著降低,可见四通道色谱净化柱可在保证 PCBs 回收率的条件下,实现对土样的净化目标。

2.2 3 种净化方法比较

选用层析柱法、SPE 净化柱和四通道色谱净化仪分别对土壤提取液进行净化(见表 1),结果显示,四通道色谱分离仪净化法相较于层析柱法和 SPE

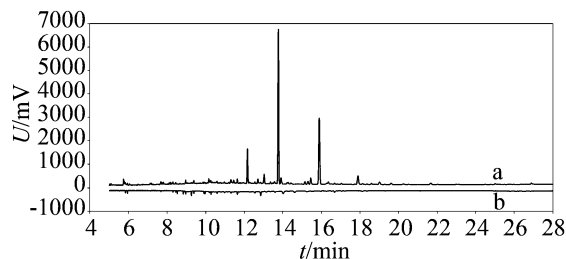


图 2 四通道色谱净化仪对土壤样品的净化效果

Fig. 2 Purification of soil sample by four-channel purification chromatograph

a - 未净化土样, b - 四通道色谱净化仪净化土样

柱净化法,明显缩短了单个样品平均净化时间,且消耗溶剂的体积最少,回收率也更高。收集的洗脱液体积虽然略多于 SPE 柱,也完全适用于氮吹浓缩。

2.3 21 种 PCBs 的色谱分离测定

本研究选用 TCmX 作为替代物标准物质,TCmX 为环境中不存在的人工化学物质,与目标污染物具有相似的化学行为,将 TCmX 加入土壤样品后对样品进行提取、净化、上机检测,最终得到的 TCmX 回收率可以反映实验操作的准确性^[10]。利用 GC-MS 根据不同氯取代 PCB 单体的特征离子,确定混合标准样品中每种 PCB 的保留时间。以目标污染物峰面积/内标峰面积为纵坐标,标准溶液浓度为横坐标,做出 TCmX 和 21 种 PCBs 的标准曲线,用于定量分析土壤样品中 PCBs 的含量。PCBs 标准物质气相色谱图如图 3 所示。

表 1 3 种净化方法比较

Tab. 1 Comparison of three purification methods

净化方法	单个样品平均净化时间 t/min	消耗溶剂体积 V/mL	收集的洗脱液体积 V/mL	净化回收率/%
层析柱法	>15	40	30	67.9 ~ 105.8
SPE 柱净化法	≈10	20	5	82.7 ~ 117.5
色谱分离仪净化法	≈4	16	10	94.5 ~ 107.7

2.4 方法回收率及 QA/QC 结果

ECD 检测器相较于 MS 检测器,对 PCBs 检测具有更高的灵敏度,故选用 GC-ECD 进行痕量 PCBs 的定量分析。溶剂空白对照和原始无污染土壤空白对照样品中 TCmX、内标 PCB 54 和 21 种 PCBs 均低于检出限。进行了 7 次平行加标回收实验和样品检测,方法准确度以方法回收率(%)表征,方法回收率(%) = $\frac{\text{检测浓度}}{\text{加标浓度}} \times 100\%$; 方法精

密度以相对标准偏差 $\text{RSD}\% = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\%$ 表征,其中 S 为标准偏差, \bar{X} 为平均值; 方法检出限 $\text{MDL} = \text{St}_{(n-1, 0.99)}$,置信度为 99% 条件下,实验样品平行次数 $n = 7$, $t_{(6, 0.99)} = 3.143$; 仪器检出限(IDL)以目标物质信噪比(S/N) 3:1 时的浓度连续进样 7 次所得数据计算, $\text{IDL} = \text{St}_{(n-1, 0.99)}$ 。21 种 PCBs 分析方法的 QA/QC 实验结果如表 2 所示。

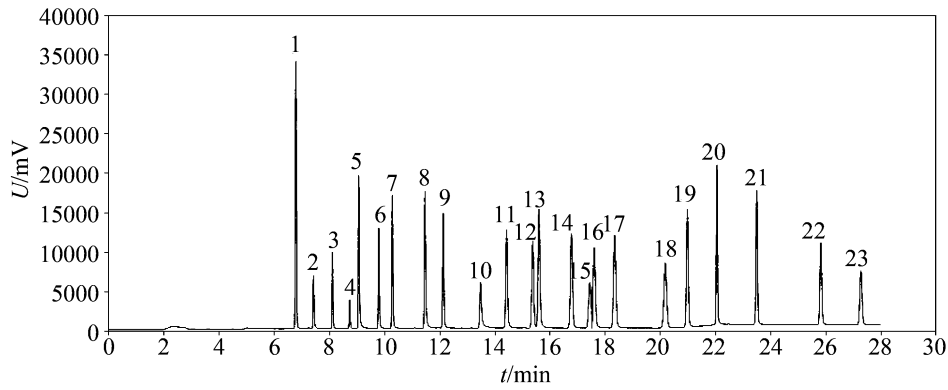


图3 PCBs 标准物质气相色谱图

Fig.3 Gas chromatogram of PCBs standard material

1-TCmX; 2-PCB 8; 3-PCB 18; 4-PCB 54; 5-PCB 28; 6-PCB 52; 7-PCB 44; 8-PCB 66; 9-PCB 101; 10-PCB 77; 11-PCB 118; 12-PCB 153; 13-PCB 105; 14-PCB 138; 15-PCB 126; 16-PCB 187; 17-PCB 128; 18-PCB 200; 19-PCB 180; 20-PCB 170; 21-PCB 195; 22-PCB 206; 23-PCB 209

表2 PCBs 分析方法的 QA/QC

Tab.2 Quality assurance/ quality control (QA/QC) data determination method of PCBs

物质	w/($\mu\text{g}/\text{kg}$ 干土重)							回收率 /%	方法检出限			仪器检出限		
	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#		S	MDL w/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	RSD/%	S	MDL w/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	RSD/%
TCmX	20.7	18.6	18.7	18.9	21.8	19.7	20.1	98.8	1.09	3.41	5.5	0.04	0.13	7.0
PCB8	13.8	12.8	14.1	14.6	14.2	13.1	13.6	68.6	0.58	1.82	4.2	0.08	0.26	5.3
PCB18	16.1	11.4	15.6	15.4	16.0	15.3	14.8	74.7	1.48	4.67	9.9	0.09	0.28	7.3
PCB28	17.5	17.3	18.1	17.9	18.2	18.2	17.3	88.9	0.38	1.21	2.2	0.04	0.13	4.7
PCB52	17.9	19.3	18.9	20.2	22.0	20.1	19.5	98.5	1.20	3.76	6.1	0.09	0.29	8.6
PCB44	17.8	17.1	18.2	17.8	18.3	18.3	17.2	89.0	0.46	1.44	2.6	0.06	0.17	5.5
PCB66	18.4	17.6	18.9	18.4	18.8	19.1	17.9	92.2	0.48	1.52	2.6	0.06	0.20	7.5
PCB101	17.7	18.0	18.6	18.1	18.7	19.0	17.5	91.2	0.51	1.61	2.8	0.06	0.20	5.7
PCB77	20.2	19.4	20.2	19.6	20.7	20.7	19.1	99.9	0.59	1.86	3.0	0.05	0.17	5.4
PCB118	18.4	18.0	18.9	18.4	18.8	19.4	18.0	92.8	0.48	1.52	2.6	0.07	0.22	6.5
PCB153	18.2	17.9	18.6	18.2	18.7	19.2	17.7	91.7	0.47	1.48	2.6	0.07	0.21	5.9
PCB105	18.8	19.1	19.9	20.2	19.4	19.9	18.8	97.2	0.51	1.59	2.6	0.03	0.10	3.3
PCB138	18.5	17.7	18.9	18.3	18.4	19.3	17.9	92.1	0.50	1.56	2.7	0.06	0.20	5.6
PCB126	20.3	19.8	21.0	20.0	20.8	21.3	20.0	102.3	0.56	1.74	2.7	0.04	0.13	4.9
PCB187	17.4	17.4	17.8	17.7	18.0	18.7	17.1	88.6	0.48	1.51	2.7	0.07	0.23	4.9
PCB128	17.8	17.5	19.0	18.4	18.5	19.5	18.2	92.1	0.64	2.01	3.5	0.04	0.12	3.4
PCB200	18.1	17.9	18.6	18.2	18.6	19.3	17.8	91.8	0.49	1.55	2.7	0.03	0.08	2.1
PCB180	17.4	17.8	18.9	18.3	18.6	19.6	18.0	91.8	0.69	2.18	3.8	0.03	0.09	3.0
PCB170	18.9	18.0	19.3	18.6	18.6	19.7	18.4	93.9	0.53	1.66	2.8	0.16	0.50	3.7
PCB195	18.3	17.5	18.9	18.1	18.1	19.0	18.1	91.4	0.50	1.58	2.8	0.02	0.07	1.3
PCB206	19.0	18.2	19.6	18.8	18.6	19.8	18.7	94.9	0.51	1.60	2.7	0.01	0.05	0.9
PCB209	19.7	19.3	20.2	19.5	19.6	20.6	19.3	98.7	0.44	1.38	2.2	0.04	0.13	2.4

注: 表中1#, 2#, 3#, 4#, 5#, 6#和7#分别为7次平行加标回收分析, 原始加标浓度为 $20\mu\text{g}/\text{kg}$, 回收率为7次土壤加标的平均值计算结果。

氮吹浓缩的 PCBs 洗脱液经 GC-ECD 检测, 数据分析结果如表 3 所示, 由于低氯代 PCBs 易挥发, PCB 8 和 PCB 18 两种物质回收率为 68.6% 和 74.7%, 其他 19 种 PCBs 的回收率为 88.6% ~ 102.3% 21 种 PCBs 同族体的相对标准偏差为 2.2% ~ 9.9%, 方法检出限为 1.21 ~ 4.67 $\mu\text{g}/\text{kg}$,

仪器检出限为 0.05 ~ 0.50 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 替代物标准物质 TCmX 回收率为 98.8%, 相对标准偏差为 5.5%, 方法检出限为 3.41 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 仪器检出限为 0.13 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。本研究所建立的提取、净化分离、仪器分析和定量方法满足了美国 EPA 8080A 对土壤 PCBs 回收率和相对标准偏差的要求, 可用于分析

土壤样品中痕量 PCBs 的含量。

2.5 电子垃圾拆解地农田土壤中 21 种 PCBs 含量

采集经长期植物修复后的长江三角洲某典型 PCBs 污染农田土壤和该地区无明显污染的农田土壤,通过上述方法检测土壤中 PCBs 含量,结果如表 3 所示。该污染农田土壤中以低氯代 PCBs 为主,PCBs 原始总量为 $1342.9 \pm 236.6 \mu\text{g}/\text{kg}^{[22]}$ 。经长期植物修复后 PCBs 总量为 $99.88 \pm 3.97 \mu\text{g}/\text{kg}$,当地无明显污染农田土壤 PCBs 总量为 $69.01 \pm 2.19 \mu\text{g}/\text{kg}$,上述两个样品中加入的替代物标准物质 TCmX 的回收率分别为 95.4% 和 94.0%,PCB 105,180,195,200,206,209 6 种高氯代组分均未有检出。

表 3 长江三角洲农田土壤样品中 PCBs 的含量

Tab.3 Concentrations of PCBs in agricultural soil from Yangtze River Delta

物质	$w/(\mu\text{g}/\text{kg})$	
	BG	AR
PCB 8	6.35 ± 0.17	7.79 ± 0.15
PCB 18	8.64 ± 0.91	13.82 ± 0.66
PCB 28	5.52 ± 0.23	6.78 ± 0.37
PCB 44	7.86 ± 0.19	11.45 ± 0.23
PCB 52	3.79 ± 0.06	4.82 ± 0.23
PCB 66	4.45 ± 0.08	6.08 ± 0.28
PCB 77	7.08 ± 0.07	9.80 ± 0.17
PCB 101	9.23 ± 0.08	14.61 ± 0.38
PCB 118	6.13 ± 0.07	5.94 ± 0.29
PCB 126	4.56 ± 0.09	5.31 ± 0.27
PCB 128	ND	2.04 ± 0.10
PCB 138	ND	1.91 ± 0.17
PCB 153	3.06 ± 0.14	4.60 ± 0.33
PCB 170	ND	1.75 ± 0.11
PCB 187	2.34 ± 0.09	3.17 ± 0.24
PCB 总量	69.01 ± 2.19	99.88 ± 3.97

注: BG 是长江三角洲某无污染农田土壤,AR 是经长期植物修复后的长江三角洲某 PCBs 污染农田土壤。ND 表示该污染物浓度低于检出限。

参考文献

- [1] Agency for Toxic Substances and Disease Registry, 2011. <http://www.atsdr.cdc.gov/spl/index.html>
 [2] Xing Y, Lu YL, Dawson RW, et al. Chemosphere,

2005 60(6):731

- [3] Field JA, Sierra-Alvarez R. Environ Pollut, 2008, 155(1):1
 [4] 李燕群,张渝,钱蜀,等. 分析试验室, 2013, 32(2):109
 [5] 刘祥,崔进,佟丽丽,等. 分析试验室, 2014, 33(1):30
 [6] 李丽君,王娜,王海娇,等. 分析试验室, 2009, 28(S1):4
 [7] 赵其国,骆永明,滕应. 土壤学报, 2009, 46(6):1140
 [8] Aken BV, Correa PA, Schnoor JL. Environ Sci Technol 2009 44(8):2767
 [9] Method1668 A. US Environmental Protection Agency (EPA)
 [10] Method 8082A. US Environmental Protection Agency (EPA)
 [11] 王登阁,崔兆杰,傅晓文,等. 环境科学, 2013, 34(6):2416
 [12] 李秀丽,赖子尼,穆三妞,等. 生态环境学报, 2012, 21(12):135
 [13] Wang WT, Meng BJ, Lu XX, et al. Anal Chim Acta, 2007 602(2):211
 [14] 申中兰,蔡继宝,高芸,等. 分析化学, 2005, 33(9):1318
 [15] 贺行良,夏宁,张媛媛,等. 分析测试学报, 2011, 30(2):152
 [16] 佟玲,吴淑琪,杨佳佳. 分析测试学报, 2010, 29(4):398
 [17] 隋红,吴鹏,宋静,等. 分析测试学报, 2013, 32(11):1369
 [18] 李清波,骆永明. 中国专利, 2004200542365. 2006-08-16
 [19] 李清波,骆永明,刘五星. 中国专利, 2011103081223. 2011-10-12
 [20] Li Q B, Wang X Y, Wang R, et al. J Environ Monit, 2011, 13:1816
 [21] Li Q B, Wang X Y, Song J, et al. Atmos Environ, 2012 61:620
 [22] 潘澄,滕应,骆永明,等. 环境科学, 2012, 33(7):2510
 [23] 陈卫明,李庆霞,张芳,等. 岩矿测试, 2011, 30(1):33

Quick method for the determination of low levels of PCBs in soil samples based on four-channel purification chromatograph

MA Lu-yao^{1,2}, LI Qing-bo⁴, TENG Ying¹, TU Chen³, LI Zhen-gao¹, WU Peng⁵ and LUO Yong-ming^{*1,2,3}

(1. Key Laboratory of Soil Environment and Pollution Remediation, Institute of Soil Science, Chinese Academy

of Sciences , Nanjing 210008; 2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences , Beijing 100049; 3. Yantai Institute of Coastal Zone Research , Chinese Academy of Sciences , Yantai 264003; 4. College of Environmental Science and Engineering , Dalian Maritime University , Dalian 116026; 5. School of Chemical Engineering , Tianjin University , Tianjin 300072) , Fenxi Shiyanshi 2014 33(8) : 869 ~ 874

Abstract: A quick method for the determination of low levels of 21 polychlorinated biphenyls (PCBs) in soil samples was established under the condition of quality assurance/quality control (QA/QC) . PCBs in micro soil samples were extracted with a mixture of hexane – acetone (1: 1 , V/V) by ultra-sonic technique , and then were purified by four-channel purification chromatograph , which was developed independently in our laboratory. Extracts were concentrated to 50 μL under a gentle nitrogen stream and detected by GC-ECD with the internal standard PCB 54. The recoveries rates , RSD (relative standard deviations) and MDL(method detection limits) for 21 PCBs were 68. 6% ~ 102. 3% , 2. 2% ~ 9. 9% , and 1. 21 ~ 4. 67 $\mu\text{g}/\text{kg}$, respectively , which met the demands for US EPA PCBs recoveries. PCBs contaminated soil after long-term phytoremediation in the Yangtze River Delta and non-contaminated farmland soil in the same area were detected by this method. The total concentrations of PCBs in two soil samples were $99. 88 \pm 3. 97 \mu\text{g}/\text{kg}$ and $69. 01 \pm 2. 19 \mu\text{g}/\text{kg}$, respectively.

Keywords: Polychlorinated biphenyls (PCBs) ; Soil contamination; Four-channel purification chromatograph; Quality assurance/quality control; GC-ECD