

## MULTI-CLEANER M08/M12 正压净化装置 在二恶英类化合物分析中的应用

二恶英类化合物包括二恶英（多氯代二苯并二恶英，PCDDs）和多氯代二苯并呋喃，PCDFs）。此外，还有结构类似于二恶英的多氯联苯（DL-PCBs）。这些化合物都是致癌物质，属于环境及食品监控的项目。

由于开展二恶英的化学检测通常需要配备高分辨 GC/MS 及二恶英的萃取净化设备。土壤、沉积物、烟灰中的二恶英萃取通常采用加速溶剂萃取仪（也称为压力溶剂萃取仪）或索氏萃取法进行萃取，萃取得到的产物需要经过净化。目前的净化手段大多是采用玻璃硅胶或氧化铝层析柱及活性炭柱。国内大都采用三层层析柱进行净化。自行装填层析柱，然后再对样品进行净化，工作量大，操作繁琐。在对二恶英样品前处理中，样品的净化是最为费时的。根据台湾环境检测所的统计，采用自己装填玻璃层析柱，样品前处理需要约两天的时间。自己装柱不但耗时，而且增加人工成本，效率低。而在改用商品化的 Cape 玻璃柱+活性炭柱，配合 MULTI-CLEANER M08 正压净化装置后，样品前处理的时间可减少至 3 小时。

由此可见，MULTI-CLEANER M08 加上 Cape 酸性硅胶玻璃柱/活性炭柱是一个既经济，又有效的二恶英样品前处理的解决方案。Cape 酸性硅胶柱能够有效地吸附样品中极性干扰物，而经过酸性硅胶柱的样品中的二恶英类、呋喃类化合物以及 PCBs、PBDEs、或 PCNs 等则被特殊的活性炭柱有效地吸附。活性炭柱的吸附物可以用甲苯洗脱。

目前国内外对二恶英样品前处理的手段主要有两种：一种是采用美国 FMS 公司的二恶英样品萃取净化仪（价格约为 USD 180,000.00）。根据台湾环境检测所的经验，极为不推荐这种仪器。一是仪器昂贵，二是每个样品处理成本高（专用净化柱）；另一种是采用手工装填玻璃层析柱，然后人工将样品过层析柱净化。这两种方法，前者不但一次性投入大，而且耗材投入也太大，而后者的效率太低，而且人工装填硅胶柱的重现性难以保证。台湾环境检测所采用 MULTI-CLEANER

M08/M12 及商品化的 Cape 玻璃柱及活性炭柱将样品净化的时间缩短到 3 小时以下。另外，手工操作流速难以控制。而采用 MULTI-CLEANER M08/M12 可以根据需要调节液体通过净化柱的流速。由此可见，MULTI-CLEANER M08/M12 配合 Cape 净化柱对于二恶英样品净化是一个暨经济又有效的解决方案。

**注：根据台湾应用要求，MULTI-CLEANER M08 已经改为 MULTI-CLEANER M12（由 8 通道改为 12 通道）。**

### 使用 CAPE 玻璃层析柱及活性炭柱对二恶英类化合物进行净化的方法

（台湾环境检测所）



**MULTI-CLEANER M08 正压净化装置用于二恶英/PCBs/PBDEs 样品净化**

- 1、40 mL 正己烷预淋洗 CAPE 酸性硅胶玻璃层析柱
- 2、将预淋洗好的 CAPE 层析柱与活性炭柱串联（活性炭柱平整面向上），活性炭柱位于下方
- 3、10 mL 正己烷淋洗串联 CAPE/活性炭层析柱
- 4、将 2 mL 样品正己烷液转移至串联 CAPE/活性炭层析柱上，用 4 x 2 mL 正己烷洗涤样品容

器，并将洗涤液转移至 CAPE/活性炭层析柱上

- 5、 15 mL 正己烷洗涤串联 CAPE/活性炭层析柱（弃去过柱正己烷）
- 6、 15 mL 正己烷洗脱 DL-PCBs 和 PBDEs（收集洗脱液 A）
- 7、 将活性炭柱与 CAPE 柱分离，连接在另一空玻璃柱下方（活性炭柱平整面向上）
- 8、 6 mL 甲苯/正己烷(1:1) 洗脱 DL-PCBs 和 PBDEs（收集洗脱液 B），合并收集液 A、B
- 9、 将活性炭柱翻转（斜口向上）与空玻璃柱连接
- 10、 30 mL 甲苯洗脱 PCDD/Fs（收集洗脱液）

注：CAPE 玻璃酸性硅胶层析柱及活性炭柱是美国 Cape Technologies 公司专门为二恶英样品净化而生产的商品柱。

### 采用上述净化方法对生物样品、沉积物、尘土样品得到的分析结果

Table 2. The real samples IS recovery used CAPE columns cleanup processes to analysis PCDD/Fs, DLPCBs, and PBDEs

congeners	biological samples analysis in 2008					sediment and dustfall samples analysis in 2009				
	average(%)	min(%)	max(%)	numbers	SD(%)	average(%)	min(%)	max(%)	numbers	SD(%)
13C-2,3,7,8-TeCDF	65.7	30.2	94.1	47	17.5	79.3	64.9	101.7	17	9.84
13C-1,2,3,7,8-PeCDF	85.7	57.0	109	47	14.6	92.7	70.0	111.4	17	11.8
13C-2,3,4,7,8-PeCDF	87.5	60.5	116	47	15.0	94.4	70.9	116	17	13.1
13C-1,2,3,4,7,8-HxCDF	91.7	68.5	111	47	11.1	101	80.6	121.1	17	11.7
13C-1,2,3,6,7,8-HxCDF	96.0	70.5	113	47	9.69	99.7	84.0	115	17	10.0
13C-2,3,4,6,7,8-HxCDF	92.7	70.3	110	47	9.59	98.5	81.8	113.9	17	10.0
13C-1,2,3,7,8,9-HxCDF	84.7	58.4	111	47	14.0	103	86.3	120.4	17	8.70
13C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	89.4	69.8	103	47	10.9	95.3	66.2	113.4	17	12.2
13C-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	76.4	47.4	96.2	47	13.9	86.6	68.4	109.7	17	12.0
13C-2,3,7,8-TeCDD	68.9	33.8	95.9	47	14.5	89.4	68.4	105	17	10.1
13C-1,2,3,7,8-PeCDD	85.0	62.6	107	47	13.9	93.1	73.3	109.2	17	11.0
13C-1,2,3,4,7,8-HxCDD	83.1	53.0	102	47	11.5	91.9	72.6	110.1	17	11.7
13C-1,2,3,6,7,8-HxCDD	92.5	67.6	115	47	10.8	98.8	71.8	117.9	17	12.1
13C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	81.0	53.7	103	47	12.4	90.5	65.9	109.3	17	11.2
13C-OCDD	69.5	41.4	96.0	47	13.6	77.2	46.7	96.1	17	11.7
27Cl-2,3,7,8-TCDD	67.9	34.8	87.7	47	12.9	93.5	74.4	116.2	17	11.5
Total average for PCDD/Fs	82.4				12.9	92.8				11.2
13C-PCB #81	52.8	29.7	88.7	47	15.7	67.5	25.5	104	17	17.8
13C-PCB #77	56.1	29.7	96.9	47	16.3	69.8	27.4	105	17	17.7
13C-PCB #123	52.2	26.6	80.6	47	12.8	62.3	25.2	86.8	17	18.0
13C-PCB #118	54.2	27.1	81.3	47	12.3	65.4	25.3	88.2	17	18.2
13C-PCB #114	52.2	26.8	77.9	47	12.2	59.6	25.5	82.8	17	18.2
13C-PCB #105	55.2	27.0	85.4	47	12.6	68.4	29.2	88.3	17	15.2
13C-PCB #126	57.7	28.7	88.4	47	13.1	74.4	33.1	93.4	17	15.3
13C-PCB #167	66.7	30.1	83.2	47	10.2	70.8	39.0	92.5	17	17.8
13C-PCB #156	66.4	30.4	89.0	47	10.0	74.0	45.0	99.7	17	16.4
13C-PCB #157	66.6	30.5	89.8	47	9.8	77.3	46.9	104	17	15.2
13C-PCB #169	64.7	31.6	103	47	11.9	81.8	54.5	102	17	12.4
13C-PCB #189	74.1	30.7	95.8	47	11.6	79.4	48.3	121	17	17.8
Total average for DLPCBs	59.9				12.4	70.9				16.7
BDE-28L	106	26.4	147	47	35.7	79.0	27.2	148	17	34.7
BDE-47L	119	60.6	150	47	26.1	87.7	38.8	150	17	32.0
BDE-99L	119	72.4	146	47	20.0	91.8	53.8	126	17	21.0
BDE-154L	102	58.3	148	47	18.8	76.9	54.5	93.5	17	9.94
BDE-153L	99.0	65.6	146	47	14.1	85.3	66.0	101	17	9.14
BDE-183L	90.9	64.3	145	47	16.2	75.0	60.4	88.9	17	7.57
BDE-197L	86.4	55.6	140	47	19.8	94.2	56.3	130	17	22.2
BDE-207L	56.7	36.0	101	47	13.1	73.2	38.6	113	17	22.9
BDE-209L	36.7	21.0	61.7	47	10.6	67.9	20.1	144	17	30.0
Total average for PBDEs	88.3				19.9	77.7				22.5

## Multi-Cleaner M08/M12 柱层析净化装置主要特点

- Multi-Cleaner M08/M12 是根据客户需求而设计生产的一款多用途样品净化装置。
- 主要用途：
  - ◆ 二恶英样品前处理的净化
  - ◆ 化合物的柱层析净化/纯化
  - ◆ 固相萃取
- 采用连续可调的平稳正压作为液体过柱动力。
- 每个信道压力均衡，保证样品的平行操作。
- 每个通道有独立的气路开关，便于操作。
- 可同时处理 1-12 个样品（或 1-8 个样品 M08）。
- 适用于不同规格的层析柱。
- 可进行双柱串联净化。
- MULTI-CLEANER M08/M12 可使用的玻璃层析柱外径不大于 25 mm，长度不大于 320 mm。

