

Short Notes No 21

在DryVap™全自动定量浓缩系统中使用学习模式提高回收率

Robert Johnson, Horizon Technology, Inc., Salem, NH, USA

介绍

DryVap™全自动定量浓缩系统是专为提高那些基于EPA8270等方法的半挥发有机化合物的回收率而设计的。DryVap™系统特有的使用内置浸入式加热器并同时使用水浴、真空及在浓缩最后阶段以最理想角度吹过溶液表面的氮气流的特点，可以使系统在回收8270方法化合物及其它一系列化合物中能够达到非常好的回收率。见Short Notes 18, 19和20。

此外，DryVap™系统是为处理2到200ml溶液而设计的。现在许多水样样品是通过SPE来萃取的，这就使得微体积样品的处理需求显得尤为重要。经SPE萃取后将被蒸发浓缩的溶液的典型体积是15到20ml之间，而经LLE萃取后的溶液的典型体积是200到400ml之间。不论何时蒸发浓缩更少的溶液，蒸发浓缩阶段的回收率必须得提高。

尽管SPE提供了许多比传统LLE技术更便利的优点，但SPE在蒸发浓缩阶段有一个严重的问题。因为SPE要求第一次洗提的溶液有轻微的水溶性，使得最终的混合溶液一般都有一个较高沸点的溶液存在。相比仅使用亚甲基氯化物（沸点39℃），乙基醋酸（沸点77℃）、甲基醋酸（沸点58℃）或丙酮（沸点56.5℃）的存在会明显改变蒸发浓缩的进程。关于这个问题的更多细节请参见Short Note 5。

本研究的目的有两个：1) 确定在DryVap™的加热器被恰当关闭时混合溶液可能会有影响；2) 确定学习模式能否用来纠正上述的问题并提高回收率。

方法摘要

- 1) 5ml乙基醋酸和15ml亚甲基氯化物，用20 ug加氯消毒的杀虫剂混合物标定
- 2) 真空度设定为15"汞柱
- 3) 氮气压力设为25psi
- 4) 加热器功率设为5（100%功率）
- 5) 吹扫加热设为51，使用1/4功率
- 6) 在第二次运行中使用学习模式
- 7) 最后使用GC/MS进行分析

仪器

- Horizon Technology DryVap™ 全自动定量浓缩系统
- Hewlett-Packard GC 5890, MS 5971

结果

5ml乙基醋酸和15ml亚甲基氯化物被转移到浓缩管中。加入20ug加氯消毒过的杀虫剂混合物进行标定。浓缩管装入DryVap™六个工作站中的一个。管盖系统随后下降盖住浓缩管，工作站开始工作。工作站工作时，加热器将按照之前为纯亚甲基氯化物设定的规则自动进行关闭。

在平时的纯溶液的普通运行中，当液面到达加热器的上表面时，系统内置的软件规则系统和热电偶将会感知温度的升高，并在加热器圆环暴露出液面之前将其关闭。在现在的运行中，由于混有亚甲基氯化物的乙基醋酸的存在，使得加热器的关闭被延后，直到加热器有3/4被暴露出来。加热器最终关闭，但进程仍在继续。表1的结果清楚地表明了过分加热会对回收率产生的不利影响。这些结果对许多SPE的初次使用者来说是很典型的，因为蒸发一个混合溶液的影响没有很好的被了解。

表1：在使用学习模式之前加氯消毒杀虫剂的回收率

Compounds	% Rec
a-BHC	49.4
b-BHC	47.0
g-BHC	49.8
d-BHC	55.2
Heptachlor	43.8
Aldrin	49.5
Heptachlor Epoxide	47.6
a-Chlordane	54.4
g-Chlordane	53.1
Endosulfan I	54.3
4,4'-DDE	55.6
Dieldrin	49.7
Endrin	49.9
4,4'-DDD	52.5
Endosulfan II	53.5
Endrin Aldehyde	51.5
4,4'-DDT	43.9
Endosulfan Sulfate	53.8
Methoxychlor	41.8
Endrin Ketone	54.2

在第一次运行之后进行一个空白样品以确认没有残留，结果显示是一个干净的系统。

美国莱伯泰科公司, LabTech, Inc.

在第二次运行时，5ml乙基醋酸和15ml亚甲基氯化物再次被移入浓缩管。管内加入20ug加氯消毒过的杀虫剂混合物进行标定。管子装入DryVap™的工作站，管盖系统下降盖住管子。工作站随后置入学习模式。摁住**Pause / Resume**键10秒钟左右以使工作站进入学习模式。一旦工作站处于学习模式，**Ready**的LED显示灯就会闪光。现在，第二次运行就与平常一样开始工作。

在蒸发过程中，操作人员观察浓缩过程，并依视觉决定何时关闭加热器。当液面水平到达加热器的表面，按下**Start**键。加热器关闭，新的软件规则系统存储进工作站的内存，运行继续，以达到终点。现在刚运行过的工作站可以用于相同的混合溶液。每当使用一个新的混合溶液，学习模式就得重复一次。表2中列出回收率的改善情况。

表2: 使用学习模式之后加氯消毒杀虫剂的回收率

Compounds	% Rec
a-BHC	91.5
b-BHC	92.2
g-BHC	101.0
d-BHC	100.7
Heptachlor	83.1
Aldrin	100.8
Heptachlor Epoxide	103.8
a-Chlordane	103.0
g-Chlordane	98.1
Endosulfan I	105.8
4,4'-DDE	98.7
Dieldrin	97.7
Endrin	98.0
4,4'-DDD	101.5
Endosulfan II	100.6
Endrin Aldehyde	100.3
4,4'-DDT	102.3
Endosulfan Sulfate	108.0
Methoxychlor	125.8
Endrin Ketone	107.1

结论:

本研究的目的有两个: 1) 确定在DryVap™的加热器被恰当地关闭时混合溶液可能会有影响; 2) 确定学习模式能否用来纠正上述的问题并提高回收率。对比表1和表2, 清楚地表明学习模式能补偿混合溶液和确实改善了回收率。并且, 这些回收率表明在对SPE方法来说很典型的含有乙基醋酸和亚甲基氯化物的SPE溶液萃取中, DryVap™系统是十分可靠的。