

加压流体萃取-改进 QuEChERS-气相色谱质谱法 测定土壤和沉积物中 4 种新污染物的含量

蒋建军¹, 刘丽^{*1}, 蒋家贵¹, 罗宇², 高帅鹏²

(1.广电计量检测(湖南)有限公司,湖南长沙 410000;2.广电计量检测集团股份有限公司,广东广州 510656)

摘要:建立了加压流体萃取-改进 QuEChERS-气相色谱质谱法测定土壤和沉积物中 4 种新污染物(4-壬基酚、2,4-三氯杀螨醇、三氯杀螨醇、1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷)的方法。取 10 g 土壤或沉积物样品,以 $V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$ 为萃取溶剂,设定萃取温度 100 °C,静态萃取时间 2 min,静态萃取 2 次,萃取液经无水硫酸钠脱水浓缩,20 mg N-丙基乙二胺(PSA)和 10 mg 还原氧化石墨烯净化,涡旋、离心定容,以 DB-5MS 毛细管色谱柱(30 m×0.25 μm×0.25 mm)分离,结合气相色谱质谱仪同位素内标法进行定性定量检测。结果表明:4 种新污染物在质量浓度 0.1~1.0 mg/L 范围内线性关系良好,相关系数(r)均大于 0.998,对土壤和沉积物不同类型样品的检出限分别为 0.8~2.0 μg/kg 和 1.2~2.4 μg/kg,测定下限分别为 3.2~8.0 μg/kg 和 4.8~9.6 μg/kg。方法应用于某农药厂周边采集的土壤和沉积物样品分析,均有不同浓度的三氯杀螨醇、4-壬基酚和 1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷检出,检出率为 14.1%。

关键词:新污染物;土壤;沉积物;加压流体萃取;QuEChERS;气相色谱质谱联用

中图分类号:065 **文献标识码:**A **文章编号:**0258-3283(2025)01-0074-06

DOI:10.13822/j.cnki.hxsj.2024.0295

Detection of Four New Pollutants in Soil and Sediment by Accelerated Solvent Extraction Modified QuEChERS-Gas Chromatography-Mass Spectrometry JIANG Jian-jun¹, LIU Li^{*1}, JIANG Jia-gui¹, LUO Yu², GAO Shuai-peng² (1. GRG Metrology & test(Hunan) Co., Ltd., Changsha 410000, China; 2. GRG Metrology & Test Group Co., Ltd., Guangzhou 510656, China)

Abstract: A method was established for the determination of four new pollutants (4-Nonylphenol, 2, 4-Trichlorothiramate, Trichlorothiramate, 1, 2, 5, 6, 9, 10-Hexabromocyclododecane) in soil and sediment using ASE extraction-Modified QuEChERS purification-GCMS. Ten grams of soil or sediment samples were extracted with a mixture of $V(n\text{-hexane}):V(\text{acetone})=1:1$ as the extraction solvent. The extraction was performed at 100 °C for 2 minutes with two static extractions. The extract was dehydrated with anhydrous sodium sulfate, purified with 20 mg of N-propylethylenediamine (PSA) and 10 mg of reduced graphene oxide, and then vortexed, centrifuged, and made up to a constant volume. The separation was achieved on a DB-5MS column (30 m×0.25 μm×0.25 mm), and the qualitative and quantitative analysis was performed using gas chromatography-mass spectrometry with an electron impact ionization source (EI) and selected ion monitoring (SIM) mode with the internal standard method. The results showed that the four new pollutants showed good linearity within the mass concentration range of 0.1~1.0 mg/L, with correlation coefficients(r) all greater than 0.998. The detection limits for soil and sediment samples were 0.8~2.0 μg/kg and 1.2~2.4 μg/kg, respectively. The limits of quantitation were 3.2~8.0 μg/kg and 4.8~9.6 μg/kg, respectively. The method was applied to analyze soil and sediment samples collected around a pesticide factory, and three pesticides, namely trichlorfon, 4-nonylphenol, and 1, 2, 5, 6, 9, 10-hexabromocyclododecane, were detected at different concentrations, with a detection rate of 14.1%.

Key words: new pollutants; soil; sediment; accelerated solvent extraction; QuEChERS; GC-MS

新污染物与传统的污染物不同,是指早先发现或被关注、对生态环境和人类的健康有一定的风险并未被纳入或现有的管理方式、不能有效地控制其风险的污染物。新污染物种类繁多,其来

收稿日期:2024-05-13;修回日期:2024-06-29

基金项目:湘江流域区域产地镉砷污染活化及调控机制课题资助项目(2022YFD1700102)。

作者简介:蒋建军(1989-),男,湖南永州人,学士,高级工程师,主要研究方向为生态环境相关检测与分析。

通讯作者:刘丽, E-mail:274007132@qq.com。

源广泛,具有很强的隐蔽性和环境持久性^[1,2]。新污染物在环境中总体上具有较低的浓度,但当其累积到一定程度后,仍然会严重危害人体及生态环境。2022 年 11 月,生态环境部等五部门联合审查通过了《重点管控新污染物清单(2023 年版)》^[3],对十四大类新污染物控制目录、管控风险标准及措施进行了详细的阐述。4-壬基酚、三氯杀螨醇、六溴环十二烷等持久性有机新污染物就是管控目录中主要关注类别之一,它们具有高毒性(致畸、致癌、致突变)、长期残留性等特征,会危害人体生殖、神经、内分泌和免疫等健康系统^[4,5]。

目前针对 4-壬基酚、三氯杀螨醇、六溴环十二烷等持久性有机新污染物常用的分析技术有气相色谱法、气质联用法、高效液相色谱法、液质联用法等^[6-10]。蔡全英等^[11]选择超声提取/高效液相色谱法测定土壤中的 4-壬基酚;朱明吉等^[12]采用液相色谱-质谱法测定土壤和沉积物中的六溴环十二烷;杨清华等^[13]利用快速溶剂萃取-气相色谱法测定茶叶中硫丹和三氯杀螨醇。这类方法一般只针对单个物质进行检测,提取、净化所使用到的分析设备较为分散,并且实际检测工作量大、效率低,建立快速准确检测生态环境中新污染物的方法具有现实意义。QuEChERS 是国际上新兴发展起来的一种用于食品农产品检测的快速样品前处理技术。该技术采用吸附剂填料与基质中的杂质进行吸附,以达到样品净化的目的,具有简单、快速、准确、高效等特点。QuEChERS 目前主要用到的净化剂类型有 C18、PSA 以及石墨化炭黑和还原氧化石墨烯等^[14]。还原氧化石墨烯(RGO)因含较少的氧基团,以及良好的分散性、表面积大、高吸附效率,在样品净化领域备受青睐。近年来广泛的应用于土壤和沉积物有机污染物的检测前处理^[15]。

本工作采用加压流体萃取、优化改进 QuEChERS 条件,利用气相色谱质谱联用技术,建立了土壤和沉积物中 4-壬基酚、三氯杀螨醇、1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷等 4 种新污染物的测定方法,同时采用同位素内标对检测结果进行校准,有效减轻了基质效应和操作条件变化对结果的影响。该方法简便高效,能实现大批量样品的快速检测,提升工作效率,为测定土壤及沉积物中的持久性有机新污染物提供技术支持。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

8890-5977B 型气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 有限公司); ASE-350 型加压流体萃取仪(美国 Thermo Fisher 科技公司); Vortex-Genie 2 型旋涡混匀器(美国 Scientific Industries 公司); MPE 型高通量真空平行浓缩仪(睿科集团(厦门)股份有限公司); ME204E 型电子天平(感量 0.000 1 g,瑞士 METTLER TOLEDO 公司); L550 型台式低速离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司)。

4 种新污染物标准储备溶液:4-壬基酚、2,4-三氯杀螨醇、三氯杀螨醇、1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷(1 000 mg/L,上海麦克林生化科技有限公司),于 4 ℃冰箱中避光储存。

4 种新污染物标准使用溶液:100 mg/L,用丙酮稀释 4 种污染物标准储备溶液,摇匀于 4 ℃冰箱中避光储存。

内标溶液:菲-D₁₀、茛-D₁₂(100 mg/L,上海麦克林生化科技有限公司),于 4 ℃冰箱中避光储存。

还原氧化石墨烯(RGO)、N-丙基乙二胺净化剂(PSA)、丙酮、二氯甲烷、正己烷(农残级,上海安谱实验科技股份有限公司);无水硫酸钠(优级纯,国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品准备

土壤和沉积物样品分别按照标准 HJ/T 166—2004^[16]和 GB 17378.3—2007^[17]相关要求,进行采集和保存。快速将采集的样品盛放于 500 mL 带聚四氟乙烯内衬垫盖子的棕色玻璃瓶中,避光于 4 ℃以下冷藏存放。样品制备参照环境标准 HJ 783—2016^[18],将样品放在洁净的搪瓷盘上,除去枝棒、叶片、石子等杂物,混匀后按四分法分取约 250 g 样品,装入牛皮纸袋密封,于真空冷冻干燥仪中脱水 20 h 以上。将冷冻干燥后的样品进行充分研磨,均化成 1 mm 左右的细小颗粒并过筛。然后称取 10 g(精确到 0.001 g)样品,加入 5 g 硅藻土分散剂并搅匀至散粒状,待用。

1.2.2 样品前处理

取洁净的萃取池,更换萃取池底部的纤维素滤膜,拧紧底部盖子,平铺 1~2 cm 厚度的硅藻土,然后加入与硅藻土混匀的样品,轻敲萃取池压实,放置于加压流体萃取盘。设置混合溶剂

($V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$) 提取样品, 收集提取液; 加入无水硫酸钠静置脱水 10 min 后, 过滤浓缩至约 2 mL, 待净化。沉积物样品前处理方法同土壤样品。

将浓缩液转移至离心管内, 加入 20 mg PSA 和 10 mg 还原氧化石墨烯, 涡旋 5 min, 以 5 000 r/min 转速离心分离 2 min, 移取 1 mL 上清液, 加入 5 μL 内标溶液, 并转移至进样小瓶, 上机测试。

1.3 仪器分析条件

加压流体萃取仪条件: $V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$ 为萃取溶剂; 载气压力为 0.8 MPa; 加热温度 100 $^{\circ}\text{C}$; 萃取池压力 8.3 MPa; 预加热平衡 5 min; 静态萃取时间 5 min; 溶剂淋洗体积为 60% 池体

积; 氮气吹扫时间 60 s; 静态萃取 2 次。

色谱条件: DB-5MS 色谱柱 (30 m $\times$ 0.25 $\mu\text{m}\times$ 0.25 mm); 进样口温度 280 $^{\circ}\text{C}$; 进样脉冲压力为 172.3 kPa, 保持时间 0.5 min; 进样量 1.0 μL ; 柱流量 1.0 mL/min; 载气为氦气 (纯度为 99.999%); 色谱柱程序升温: 80 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min; 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 270 $^{\circ}\text{C}$, 保持 0 min; 再以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 310 $^{\circ}\text{C}$, 保持 6 min。

质谱条件: 电子轰击离子 (EI) 源, 能量 70 eV; 离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$; 接口传输温度 280 $^{\circ}\text{C}$; 四级杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$; 选择离子扫描模式, 各污染物和同位素内标物的保留时间、定量离子和定性离子见表 1。

表 1 目标待测物和内标物的保留时间、定量离子和定性离子

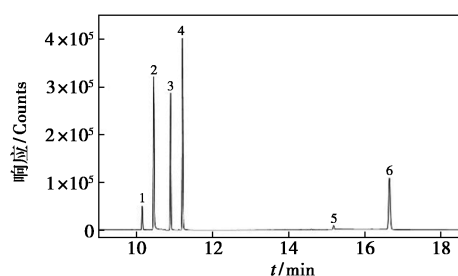
Tab.1 Retention times, quantitative ions and qualitative ions of the target analyte and internal standards (ISs)

No.	Compound	CAS	Retention time/min	Quantitative ion (m/z)	Qualitative ion (m/z)
1	4-Nonylphenol	104-40-5	10.45	107	108, 220
2	2,4-Dicofol	10606-46-9	10.89	139	251, 111
3	Dicofol	115-32-2	11.20	139	251, 141
4	1,2,5,6,9,10-Hexabromocyclododecane	3194-55-6	16.65	239	157, 319
IS ₁	Phenanthrene-D ₁₀	1517-22-2	10.15	188	189, 80
IS ₂	Perylene-D ₁₂	1520-96-3	15.18	264	263, 260

2 结果与讨论

2.1 色谱条件优化

实验利用弱极性毛细管色谱柱 DB-5MS 对 4 种新污染物进行分离, 在 1.3 仪器设定条件下, 各污染物在 18 min 内分离完全, 峰型尖锐, 具有良好的灵敏度, TIC 总离子流图见图 1。



1. IS₁ 菲-D₁₀; 2. 4-壬基酚; 3. 2,4-三氯杀螨醇;
4. 三氯杀螨醇; 5. IS₂ 菲-D₁₂; 6. 1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷

图 1 4 种新污染物标准溶液总离子流图

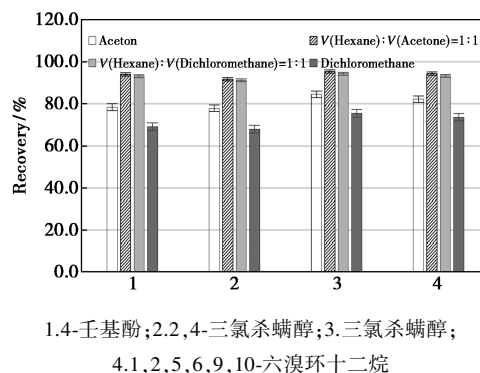
Fig.1 Total ion chromatogram of the standard solution of 4 new pollutant

2.2 萃取条件优化

2.2.1 萃取溶剂

实验选取 10 g 阴性空白土壤样品, 添加 5 μL

(100 mg/L) 的混标溶液, 固定萃取温度为 100 $^{\circ}\text{C}$, 分别考察了丙酮、 $V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$ 、 $V(\text{正己烷}):V(\text{二氯甲烷})=1:1$ 、二氯甲烷 4 种萃取溶剂对 4 种新污染物回收率的影响, 各进行 3 次平行实验, 按照 1.2 条件设定进行浓缩、净化, 1.3 仪器设定条件上机测试。结果显示: 丙酮的回收率为 77.9%~84.5%, $V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$ 的回收率为 91.7%~95.3%, $V(\text{正己烷}):V(\text{二氯甲烷})=1:1$ 的回收率为 91.1%~94.4%,



1. 4-壬基酚; 2. 2,4-三氯杀螨醇; 3. 三氯杀螨醇;
4. 1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷

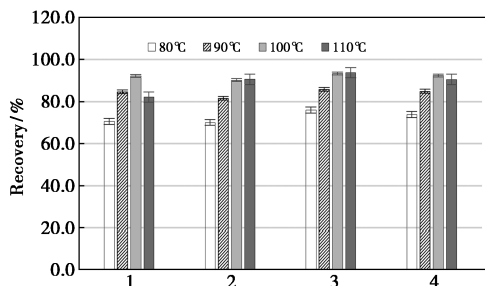
图 2 不同萃取溶剂对 4 种新污染物回收率的影响

Fig.2 Effect of different extraction solvents on the recoveries of the 4 new pollutants

二氯甲烷的回收率为 67.9%~75.4%。 V (正己烷): V (丙酮)=1:1 与 V (正己烷): V (二氯甲烷)=1:1 两种萃取溶剂回收率相当,考虑到二氯甲烷已被列入世界卫生组织 2A 类致癌物清单,实验最终选择 V (正己烷): V (丙酮)=1:1 为萃取溶剂。

2.2.2 萃取温度

实验选取 10 g 阴性空白土壤样品,添加 5 μ L (100 mg/L) 的混标溶液,固定萃取溶剂为 V (正己烷): V (丙酮)=1:1,分别考察萃取温度在 80、90、100、110 $^{\circ}$ C 时对 4 种新污染物回收率的影响,各进行 3 次平行实验,按照 1.2 条件设定进行浓缩、净化,1.3 仪器设定条件上机测试。结果显示:在上述 4 种萃取温度下 4 种污染物的回收率分别为 70.1%~76.0%、81.6%~85.8%、90.2%~93.4% 和 82.2%~93.7%。随着温度的增加,热不稳定物质(4-壬基酚、1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷)的萃取效率反而下降,可能是高温高压造成目标污染物的降解,因此,实验选取最优萃取温度为 100 $^{\circ}$ C。



1.4-壬基酚;2,2,4-三氯杀螨醇;3.三氯杀螨醇;
4.1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷

图 3 不同萃取温度对 4 种新污染物回收率的影响

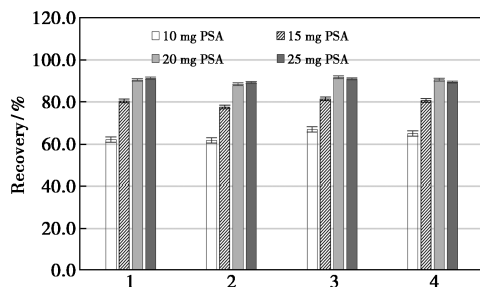
Fig.3 Effect of different extraction temperatures on the recoveries of the 4 new pollutants

2.3 净化实验条件优化

2.3.1 PSA 的加入量优化

为了考察不同固相吸附剂加入量对 4 种新污染物回收率的影响,实验选取 10 g 阴性空白土壤样品,添加 5 μ L (100 mg/L) 的混标溶液,测试 PSA 加入量在 10、15、20、25 mg 时对 4 种新污染物回收率的影响,各进行 3 次平行实验,按照 1.2 条件设定进行浓缩、净化,1.3 仪器设定条件上机测试。结果显示:加入 PSA 固相吸附剂可以明显除去杂质并提高回收率;由图 4 可知,在加入 20 mg PSA 时具有较好的回收率(88.4%~91.6%);考虑测定效果和试剂成本,实验选择 20 mg PSA

为固体吸附剂最优加入量。



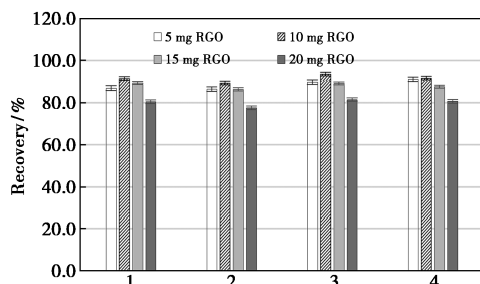
1.4-壬基酚;2,2,4-三氯杀螨醇;3.三氯杀螨醇;
4.1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷

图 4 不同 PSA 的加入量对 4 种新污染物回收率的影响

Fig.4 Effect of different dosages of PSA on recoveries of the 4 new pollutants

2.3.2 还原氧化石墨烯(RGO)的加入量优化

为了考察不同还原氧化石墨烯加入量对 4 种新污染物回收率的影响,实验选取 10 g 阴性空白土壤样品,添加 5 μ L (100 mg/L) 的混标溶液,测试还原氧化石墨烯加入量在 5、10、15、20 mg 时对 4 种新污染物回收率的影响,各进行 3 次平行实验,按照 1.2 条件设定进行浓缩、净化,1.3 仪器设定条件上机测试。结果显示:随着还原氧化石墨烯加入量的增加,各目标污染物的回收率反而有所降低,可能由于还原氧化石墨烯具有较大的比表面积,在吸附去除杂质的同时对目标物也有一定的影响;由图 5 可知,在加入量为 10 mg 还原氧化石墨烯时,4 种新污染物具有良好的回收率(89.4%~93.5%),因此,实验选择 10 mg 为还原氧化石墨烯最优加入量。



1.4-壬基酚;2,2,4-三氯杀螨醇;3.三氯杀螨醇;
4.1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷

图 5 不同 RGO 的加入量对 4 种新污染物回收率的影响

Fig.5 Effect of different dosages of RGO on recoveries of the 4 new pollutants

2.4 标准曲线及检出限

以 V (正己烷): V (丙酮)=1:1 为溶剂,分别

配制质量浓度为 0.1、0.2、0.5、0.8、1.0 mg/L 的 4 种新污染物混标溶液,并加入适量内标物保持其浓度为 0.5 mg/L,按照 1.3 仪器设定条件依次进样分析。以各污染物的质量浓度为横坐标(x , mg/L);各污染物定量离子峰面积和内标物定量离子峰面积的比值,与内标物质量浓度的乘积为纵坐标(y),拟合工作曲线。参照环境标准 HJ 168—2020 中 A.1.1 b^[19] 分别确定不同基质样品的方法检出限。选择土壤和沉积物两种类型样品

为基质空白,分别制备并检测 7 个低浓度样品 (5 $\mu\text{g/kg}$),计算平行实验测定结果的标准偏差 (s),依据 3.143 s 计算方法检出限以及 4 倍检出限作为测定下限。结果表明,4 种污染物质量浓度范围在 0.1~1.0 mg/L 内具有较好的线性关系,相关系数(r)均大于 0.998。土壤样品的检出限为 0.8~2.0 $\mu\text{g/kg}$,测定下限为 3.2~8.0 $\mu\text{g/kg}$;沉积物样品的检出限为 1.2~2.4 $\mu\text{g/kg}$,测定下限为 4.8~9.6 $\mu\text{g/kg}$,性能参数见表 2。

表 2 方法的线性范围、回归方程、相关系数、检出限和测定下限

Tab.2 Linear range, regression equation, correlation coefficient, detection limit, and determination lower limit of the method

Compound	Linearity range/ (mg·L ⁻¹)	Regression equation	r	Soil		Sediment	
				LOD/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	LOQ/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	LOD/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	LOQ/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)
4-Nonylphenol	0.1~1.0	$y=5.961x-0.1515$	0.999	0.8	3.2	1.2	4.8
2,4-Dicofol	0.1~1.0	$y=2.228x-0.1513$	0.999	1.3	5.2	2.0	8.0
Dicofol	0.1~1.0	$y=1.569x-0.3158$	0.999	1.1	4.4	1.5	6.0
1,2,5,6,9,10-Hexabromocyclododecane	0.1~1.0	$y=0.1866x-0.2420$	0.998	2.0	8.0	2.4	9.6

2.5 精密度和准确度实验

实验对土壤和沉积物两种类型基质空白样品,加入低 (10 $\mu\text{g/kg}$)、中 (50 $\mu\text{g/kg}$)、高 (100 $\mu\text{g/kg}$) 水平浓度的目标物污染物,按照实验方法步骤进行测定,分别进行重复 6 次平行实验,计算回收率和相对标准偏差,结果见表 3,土壤样品 3 个浓度水平测定的相对标准偏差为 2.1%~

5.0%;沉积物样品 3 个浓度水平测定的相对标准偏差为 2.8%~6.8%;相对标准偏差均低于 10%,表明本实验方法具有良好的精密度。土壤样品 3 个浓度水平测定的加标回收率为 83.9%~100.2%;沉积物样品 3 个浓度水平测定的加标回收率为 72.7%~95.4%;能够满足土壤和沉积物样品分析要求。

表 3 精密度和准确度实验结果

Tab.3 Results of tests for precision and accuracy

($n=6$)

Compound	Soil						Sediment					
	10 $\mu\text{g/kg}$		50 $\mu\text{g/kg}$		100 $\mu\text{g/kg}$		10 $\mu\text{g/kg}$		50 $\mu\text{g/kg}$		100 $\mu\text{g/kg}$	
	Recovery/ %	RSD/ %	Recovery/ %	RSD/ %	Recovery/ %	RSD/ %	Recovery/ %	RSD/ %	Recovery/ %	RSD/ %	Recovery/ %	RSD/ %
4-Nonylphenol	84.8	3.0	83.9	2.3	89.5	2.1	72.7	4.5	76.2	4.2	77.8	3.8
2,4-Dicofol	84.3	3.6	85.2	3.1	92.6	2.7	81.2	3.9	82.5	3.4	95.2	2.9
Dicofol	86.7	3.5	90.1	2.6	100.2	2.3	80.9	3.6	81.9	3.2	95.4	2.8
1,2,5,6,9,10-Hexabromocyclododecane	92.8	5.0	93.6	4.6	98.1	4.4	86.6	6.8	89.1	5.5	93.4	5.1

2.6 实际样品分析

采用该方法测定某农药厂周边采集的 56 批

次土壤和 29 批次沉积物样品,检出率为 14.1%。其中 9 批次土壤样品检出三氯杀螨醇和 2,4-三氯

表 4 土壤和沉积物样品中 4 种新污染物含量测定结果

Tab.4 Determination results of 4 new pollutants in soil and sediment samples

($\mu\text{g/kg}$)

Compound	Soil	Soil	Soil	Soil	Soil	Soil	Soil	Soil	Soil	Sediment	Sediment	Sediment
	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Sample 6	Sample 7	Sample 8	Sample 9	Sample 10	Sample 11	Sample 12
4-Nonylphenol	—	—	—	—	—	—	—	—	—	28.9	17.9	25.6
2,4-Dicofol	35.4	26.5	29.6	50.1	48.7	33.6	42.6	48.2	29.0	—	—	—
Dicofol	29.6	41.6	35.7	56.9	28.8	27.1	29.3	32.3	48.5	—	—	—
1,2,5,6,9,10-Hexabromocyclododecane	—	—	—	—	—	—	—	—	—	32.8	26.4	31.2

杀螨醇, 含量为 26.5~56.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 3 批次沉积物样品检出 4-壬基酚和 1,2,5,6,9,10-六溴环十二烷, 含量分别为 17.9~32.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 验证了该方法具有较好的可靠性。

3 结论

本工作通过优化色谱条件和前处理方法, 确定了以 $V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$ 为萃取剂, 设置萃取温度 100 $^{\circ}\text{C}$, 选择 20 mg PSA 和 10 mg 还原氧化石墨烯为最优加入 QuEChERS 净化盐, 建立了一种以 ASE 萃取-QuEChERS 净化-气相色谱质谱法测定土壤和沉积物中 4 种新污染物的检测方法。该方法具有前处理简便、易于操作、节约溶剂、准确度和精密度较高等优点, 适合大批量土壤及沉积物样品的定性定量检测分析。

参考文献:

- [1] Huang X L. *Ecolog. Economy*, 2023, **39**(8): 5-8.
黄显雷. 生态经济, 2023, **39**(8): 5-8.
- [2] Zhou H T, Huang D, Liu X Y, Wang X L, Rao Q X, Liu C B, Song W G. *Chin. J. Anal. Lab.*, 1-9 [2024-11-26]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2017.TF.20240219.1107.010.html>.
周画天, 黄帝, 刘晓雨, 王献礼, 饶钦雄, 刘成斌, 宋卫国. 分析试验室, 1-9 [2024-11-26]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2017.TF.20240219.1107.010.html>.
- [3] Key Control List of New Pollutants (2023). *Commun. State Council*, 2023, (5): 19-24.
重点管控新污染物清单 (2023 年版). 中华人民共和国国务院公报, 2023, (5): 19-24.
- [4] Wang J P, Feng M. *Textile Auxiliaries*, 2023, **40**(2): 1-5; 33.
王建平, 封梅. 印染助剂, 2023, **40**(2): 1-5; 33.
- [5] Sunderland E M, Hu X C, Dassuncao C, Tokranov A K, Wagner C C, Allen J G. *J. Expo. Sci. Environ. Epidemiol.*, 2019, **29**: 131-147.
- [6] Liu B, Zhou Y, Fang G B. *Hubei Plant Protection*, 2012, (2): 41-43.
刘冰, 周扬, 方国斌. 湖北植保, 2012, (2): 41-43.
- [7] Wang A D, Zhao M, Zhou G, Zhu Y W. *Chem. Reagents*, 2024, **46**(6): 77-82.
王安冬, 赵明, 周刚, 祝永卫. 化学试剂, 2024, **46**(6): 77-82.
- [8] Wang L L, Wang X L, *Anal. Instrumen.*, 2021, (6): 44-47.
王林玲, 王兴龙. 分析仪器, 2021, (6): 44-47.
- [9] Abulimiti Y M E, Cao X, Cui Z C. *Chem. Reagents*, 2022, **44**(10): 1 506-1 512.
阿不力米提·玉麦尔, 曹续, 崔智超. 化学试剂, 2022, **44**(10): 1 506-1 512.
- [10] Zhu C F, Yang W L, Yin Y Z, *Res. Environ. Sci.*, 2022, **35**(9): 2 120-2 127.
朱超飞, 杨文龙, 殷也筑. 环境科学研究, 2022, **35**(9): 2 120-2 127.
- [11] Cai Q Y, Huang H J, Lv H X. *J. Instrum. Anal.*, 2012, **31**(2): 185-189.
蔡全英, 黄慧娟, 吕辉雄. 分析测试学报, 2012, **31**(2): 185-189.
- [12] Zhu M J, Sun J, Deng L. *Phy. Test. Chem. Anal., Part B*, 2015, **51**(6): 775-777.
朱明吉, 孙静, 邓力. 理化检验 (化学分册), 2015, **51**(6): 775-777.
- [13] Yang Q H, Yang M G, Shi Y L. *China Preventive Med. J.*, 2019, **31**(12): 1 291-1 293; 1 296.
杨清华, 杨梅桂, 施逸岚. 预防医学, 2019, **31**(12): 1 291-1 293; 1 296.
- [14] Li Z M, Jie Y L, Ma C G. *Chem. Reagents*, 2024, **46**(6): 99-106.
李增明, 解玉龙, 马春光. 化学试剂, 2024, **46**(6): 99-106.
- [15] Zhen Z, Zhong W Y, Yin J W. *J. Environ. Health*, 2021, **38**(3): 250-254.
甄珍, 钟伟燕, 尹江伟. 环境与健康杂志, 2021, **38**(3): 250-254.
- [16] HJ/T 166—2004. Technical Specification for Soil Environmental Monitoring, 2004-12-09.
HJ/T 166—2004. 土壤环境监测技术规范, 2004-12-09.
- [17] GB 17378.3—2007. The Specification for Marine Monitoring Part 3: Sample Collection, Storage and Transportation, 2007-10-18.
GB 17378.3—2007. 海洋监测规范 第 3 部分: 样品采集、贮存与运输, 2007-10-18.
- [18] HJ 783—2016. Soil and Sediment—Extraction of Organic Compounds—Pressurized Fluid Extraction, 2016-02-01.
HJ 783—2016. 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法, 2016-02-01.
- [19] HJ 168—2020. Technical Guideline for the Development of Environmental Monitoring Analytical Method Standards, 2020-12-19.
HJ 168—2020. 环境监测分析方法标准制订技术导则, 2020-12-19.