



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109001351 A

(43)申请公布日 2018.12.14

(21)申请号 201810904372.5

G01N 30/02(2006.01)

(22)申请日 2018.08.09

(66)本国优先权数据

2017111317395.8 2017.12.12 CN

(71)申请人 东莞理工学院

地址 523808 广东省东莞市松山湖区大学
路1号

(72)发明人 胡俊杰 范洪波 李衍亮 吴康铭

林勃机 袁美怡 劳志朗 朱丹

梁志辉 曾燕艳

(74)专利代理机构 宁波高新区核心力专利代理

事务所(普通合伙) 33273

代理人 涂萧恺

(51)Int.Cl.

G01N 30/06(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种磁性纳米石墨烯用于水体中多环芳烃
和有机氯农药分析前处理的方法

(57)摘要

本发明涉及一种磁性纳米石墨烯用于水样中多环芳烃和有机氯农药的前处理方法,将磁性纳米石墨烯作为固体分散相均匀分散在水样品中,使水样中待测多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯充分接触;在外磁场的作用下使充分吸附待测多环芳烃和有机氯农药后的磁性纳米石墨烯与水样品分离;加入解吸剂,使待测有机污染物与磁性纳米石墨烯分离;回收磁性纳米石墨烯,收集待测有机污染物解吸剂。本发明利用磁性纳米石墨烯对有机污染物的高吸附能力,并且在外加磁场的作用下,使磁性纳米石墨烯材料同样品溶液进行快速分离,降低了有机溶剂的用量达到经济环保的目的,快速对水环境中低含量多环芳烃和有机氯农药进行有效富集。

1. 一种磁性纳米石墨烯用于水样中多环芳烃和有机氯农药的前处理方法,包括以下步骤:

步骤1、将磁性纳米石墨烯作为固体分散相均匀分散在水样品中,使水样品中待测多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯充分接触;

步骤2、在外磁场的作用下使充分吸附待测多环芳烃和有机氯农药后的磁性纳米石墨烯与水样品分离;

步骤3、加入解吸剂,使待测多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯分离;

步骤4、回收磁性纳米石墨烯,收集待测多环芳烃和有机氯农药样品进行仪器分析。

2. 根据权利要求1所述磁性纳米石墨烯用于水样中多环芳烃分析和有机氯农药的前处理方法,其特征在于:步骤1中的水样品中的多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯充分接触的方法为超声振荡和涡旋。

3. 根据权利要求2所述磁性纳米石墨烯用于水样中多环芳烃和有机氯农药的前处理方法,其特征在于:步骤1中所述超声振荡所用时间为5-6min。

4. 根据权利要求2所述磁性纳米石墨烯用于水多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,其特征在于:步骤1中所述涡旋所用时间为10-15min。

5. 根据权利要求1-4中任何一项所述磁性纳米石墨烯用于水样多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,其特征在于:步骤1中所述磁性纳米石墨烯与水样体积比例为20mg磁性纳米石墨烯每500ml水样。

6. 根据权利要求1-5中任何一项所述磁性纳米石墨烯用于水中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,其特征在于:步骤1中待测有机污染物为多环芳烃和/或有机氯农药。

7. 根据权利要求1-6中任何一项所述磁性纳米石墨烯用于水中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,其特征在于:步骤1中所用磁性纳米石墨烯的粒径为10-200nm。

8. 根据权利要求1-7中任何一项所述磁性纳米石墨烯用于水中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,其特征在于:步骤2中的外磁场通过磁铁紧贴水样品容器外壁产生。

9. 根据权利要求1-8中任何一项所述磁性纳米石墨烯用于水中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,其特征在于:步骤3中所用解吸剂为正己烷:二氯甲烷混合溶剂,两者的体积比7:3;或者二氯甲烷:甲醇混合溶剂,两者的体积比7:3;或者正己烷:二氯甲烷:甲醇混合溶剂,三者的体积比6:3:1。

10. 根据权利要求1-9中任何一项所述磁性纳米石墨烯用于水中多环芳烃和有机氯农药的前处理方法,其特征在于:步骤3中所用解吸剂的解吸方法为超声振荡和/或涡旋,其中超声振荡所用时间为5-6min;涡旋所用时间为10-15min。

一种磁性纳米石墨烯用于水体中多环芳烃和有机氯农药分析前处理的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种磁性纳米石墨烯用于水样中多环芳烃分析和有机氯农药分析的前处理方法。

背景技术

[0002] 多环芳烃(PAHs)是煤碳、石油、木材、烟草等有机高分子化合物不完全燃烧时产生的挥发性碳氢化合物,其广泛分布于环境中,由于具有较高毒性、难降解性、持久性、高脂溶性以及相对低的水溶性,被认为是重要的环境污染物。迄今已发现有200多种PAHs,其中相当部分具有高度致癌性,如苯并[α]芘,苯并[α]蒽等。PAHs可通过水环境介质进入食物链,长时间食用PAHs污染水产品会对人体健康产生极大的不利影响。

[0003] 有机氯农药是用于防治植物病、虫害的组成成分中含有氯元素的有机化合物。主要分为以苯为原料和以环戊二烯为原料的两大类。前者如DDT;后者如作为杀虫剂的氯丹、艾氏剂等。此种化合物结构稳定,难氧化、难分解和毒性极大,易溶于有机溶剂,极易在环境中积累。而且有机氯农药摄入人体后,在人体尤其是人体脂肪组织中会蓄积起来。由于多环芳烃和有机氯农药在水环境中残留浓度极低且基质复杂,导致水样中多环芳烃和有机氯农药的分析前处理步骤繁琐、费时、费溶剂,所以开发简单且快速的前处理方法十分重要。

[0004] 石墨烯具有强吸附能力,能有效地对水样品中的有机污染物进行吸附。同时利用外磁场的作用,加强了磁性纳米石墨烯对水样品中有机污染物的富集。针对痕量多环芳烃和有机氯农药亦具有良好的富集能力。该方法操作简单,有机溶剂用量少,重现性好,常与高效液相色谱质谱技术或气相色谱质谱技术联用作为水环境介质中多环芳烃、有机氯农药等的检测方法。

发明内容

[0005] 本发明设计了一种磁性纳米石墨烯用于水样品中有机污染物分析的前处理方法,其解决的技术问题是现有技术中对水样品中有机污染物,尤其是多环芳烃和有机氯农药的检测方法存在操作复杂、使用的有机溶剂用量多并且重现性差的等缺点。

[0006] 为了解决上述存在的技术问题,本发明采用了以下方案:

一种磁性纳米石墨烯用于水中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,包括以下步骤:

步骤1、将磁性纳米石墨烯作为固体分散相均匀分散在水样品中,使水样品中待测有机污染物与磁性纳米石墨烯充分接触;

步骤2、在外磁场的作用下使充分吸附待测有机污染物后的磁性纳米石墨烯与水样品分离;

步骤3、加入解吸剂,使得待测有机污染物与磁性纳米石墨烯分离;

步骤4、回收磁性纳米石墨烯,收集待测有机污染物进样分析。

- [0007] 进一步,步骤1中磁性纳米石墨烯与水样的比例为:20mg磁性纳米石墨烯/500L水样比例。
- [0008] 进一步,步骤1中水样可以是模拟实验空白加标水样、真实湖泊、河流、水库、海水水样。
- [0009] 进一步,步骤1中的水样品中的有机污染物与磁性纳米石墨烯充分接触的方法为超声振荡和涡旋。
- [0010] 进一步,步骤1中所述超声振荡所用时间为5-6min。
- [0011] 进一步,步骤1中所述涡旋震荡所用时间为10-15min。
- [0012] 进一步,步骤1中待测有机污染物为多环芳烃和/或有机氯农药。
- [0013] 进一步,步骤1中所用磁性纳米石墨烯的粒径为10-200nm。
- [0014] 进一步,步骤2中的外磁场通过磁铁紧贴水样品容器外壁产生。
- [0015] 进一步,步骤3中所用解吸剂为正己烷:二氯甲烷混合溶剂(7:3,体积比);二氯甲烷:甲醇混合溶剂(7:3,体积比);正己烷:二氯甲烷:甲醇(6:3:1,体积比)混合溶剂。
- [0016] 进一步,步骤3中所用解吸剂体积为1ml,重复三次。
- [0017] 进一步,步骤3中所用解吸附的方式为为超声振荡和涡旋。
- [0018] 进一步,步骤3中所用超声振荡所用时间为5-6min。
- [0019] 进一步,步骤3中所用涡旋震荡所用时间为10-15min。
- [0020] 该磁性纳米石墨烯用于水样品中有机污染物分析的前处理方法具有以下有益效果:

(1)本发明方法充分了利用磁性纳米石墨烯对部分有机污染物的高吸附能力,并且在外加磁场的的作用下,使磁性纳米石墨烯材料同样品溶液进行快速分离,可以反复充分利用磁性纳米石墨烯,而且降低了有机溶剂的用量达到经济环保的目的,还能够有效对水环境中低含量有机污染物进行有效富集。

[0021] (2)本发明公开了一种磁性纳米石墨烯用于水样品中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,将磁性纳米石墨烯均匀分散溶解在水样品种中;利用磁性纳米石墨烯对水样品中有机污染物的高吸附能力,在外加磁场的的作用下,使磁性纳米石墨烯吸附水样品中有机污染物后同样品溶液中干扰离子/化合物进行分离,磁性纳米石墨烯可以反复充分利用,降低了有机溶剂的用量,经济环保;该方法能有效地对水样品中待测有机污染物和干扰离子/化合物进行分离,确保分析的准确性。

具体实施方式

[0022] 下面结合实施例,对本发明做进一步说明:

实施例 1:本发明磁性纳米石墨烯用于空白加标水样品中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,包括以下步骤:

步骤1、将20 mg磁性纳米石墨烯均匀分散在500ml空白加标水样品中,空白加标水样中多环芳烃浓度分别为1、10、50 $\mu\text{g}/\text{ml}$,超声振荡5min,使多环芳烃与磁性纳米石墨烯充分接触。

[0023] 步骤2、通过磁铁紧贴烧杯外壁产生外磁场,在外磁场的的作用下使充分吸附待测多环芳烃后的磁性纳米石墨烯与水样分离。

[0024] 步骤3、加入1 ml正己烷:二氯甲烷混合溶剂(7:3,体积比)作为解吸剂,涡旋15min使待测多环芳烃与磁性纳米石墨烯分离。

[0025] 步骤4、回收磁性纳米石墨烯,收集解吸剂。

[0026] 重复步骤3、步骤4的操作2次,合并3次收集的解吸剂。解吸剂经过浓缩定容后即可进入仪器分析。

[0027] 实施例2:磁性纳米石墨烯用于湖泊水样品中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,包括以下步骤:

步骤1、将20mg磁性纳米石墨烯均匀分散在500ml湖泊水样品,超声振荡6min,使有机污染物与磁性纳米石墨烯充分接触。

[0028] 步骤2、通过磁铁紧贴烧杯外壁产生外磁场,在外磁场的作用下使充分吸附待测有机污染物后的磁性纳米石墨烯与水样分离。

[0029] 步骤3、加入1 ml正己烷:二氯甲烷:甲醇混合溶剂(6:3:1,体积比)作为解吸剂,超声振荡6min使待测有机污染物与磁性纳米石墨烯分离。

[0030] 步骤4、回收磁性纳米石墨烯,收集解吸剂。

[0031] 重复步骤3、步骤4的操作2次,合并3次收集的解吸剂。解吸剂经过浓缩定容后即可进入仪器分析。

[0032] 实施例3:磁性纳米石墨烯用于海水水样品中多环芳烃和有机氯农药分析的前处理方法,包括以下步骤:

步骤1、将20mg磁性纳米石墨烯均匀分散在500ml海水水样品,超声振荡6min,使多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯充分接触。

[0033] 步骤2、通过磁铁紧贴烧杯外壁产生外磁场,在外磁场的作用下使充分吸附待测有机污染物后的磁性纳米石墨烯与水样分离。

[0034] 步骤3、加入1ml正己烷:二氯甲烷:甲醇混合溶剂(6:3:1,体积比)作为解吸剂,超声振荡5min后涡旋震荡10min使待测多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯分离。

[0035] 步骤4、回收磁性纳米石墨烯,收集解吸剂。

[0036] 重复步骤3、步骤4的操作2次,合并3次收集的解吸剂。解吸剂经过浓缩定容后即可进入仪器分析。

[0037] 实施例4:不同粒径的磁性纳米石墨烯用于水库水样品中多环芳烃和有机氯农药的前处理方法如下:

选用粒径分别为10nm、50nm、80nm、150nm、100nm的磁性纳米石墨烯各20mg分别均匀分散在500ml水库水样品中,超声振荡6min,使多环芳烃和有机氯农药与磁性纳米石墨烯接触充分;将磁铁紧贴烧杯外壁,使之产生外磁场,在外磁场的作用下使充分吸附有机污染物后的磁性纳米石墨烯与水样分离。然后加入1ml正己烷:二氯甲烷混合溶剂(7:3,体积比)洗脱,涡旋15min使有机污染物与磁性纳米石墨烯分离。最后回收磁性纳米石墨烯,收集解吸剂,反复3次。解吸剂经过浓缩定容后即可进入仪器分析。

[0038] 上面结合实施例对本发明进行了示例性的描述,显然本发明的实现并不受上述方式的限制,只要采用了本发明的方法构思和技术方案进行的各种改进,或未经改进将本发明的构思和技术方案直接应用于其它场合的,均在本发明的保护范围内。