LSPC-AP DGT Probe 沉积物采样器使用说明

1. 产品基础信息

1.1 产品结构

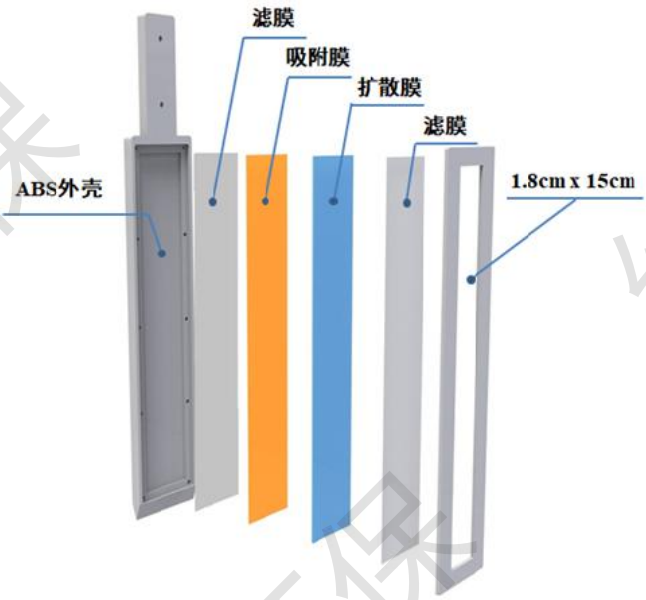

图 1　LSPC-AP DGT Probe 沉积物采样器产品结构

1.2 产品规格

目标化合物	极性有机物（抗生素，雌激素，非法药物，全氟化合物）（详见附录）
吸附膜	吸附材料：XAD18；厚度：0.5mm；尺寸：2.2cm×16cm
扩散膜	材料：琼脂糖水凝胶；厚度：0.8mm（以产品标签为准）；尺寸：2.2cm×16cm
滤膜	PES（聚醚砜）；厚度：0.14mm；尺寸：2.2cm×16cm；孔径：0.45μm
采样面积	1.8cm×15cm
扩散系数	请查看附录中的扩散系数列表
保存时间	6 个月（4℃避光条件下）

2. 产品包装与储存

2.1 包装

1) 产品的包装使用了洁净室专用自封袋，为了避免 DGT 产品空白值升高，请勿在使用前打开包装。
2) 收到包裹时，请及时查看您的产品包装是否完好，袋中是否留有保湿用的少量硝酸钠（0.01M，ultrapure）或氯化钠（0.01M，ultrapure）溶液。

2.2 储存

1) 避光且请勿与其它化学药品放在同处保存。
2) 避免滤膜表面受到挤压，请勿用手或其他物品接触 DGT 窗口。
3) 保存在冷藏箱里，可存放 6 个月；

避免将 DGT 装置放置在室温环境中超过 3 个星期。

3. 操作说明

3.1 检查装置及注意事项

1) 请使用洁净实验室专用的 PVC 手套取出 DGT 装置，尽量避免使用丁腈手套。
2) 请不要在触碰过未经净化处理的工具或设备后，直接接触 DGT 装置，避免交叉污染。
3）请查看袋中是否留有保湿用的少量溶液。

3.2 去氧预处理

当实验对氧化还原条件敏感时，需要对采样器进行去氧处理。

1) 请准备一个酸洗过的，可完全浸没沉积物采样器的干净塑料容器。
2) 在容器中放入采样器和 0.01M 的 NaCl（ultrapure）溶液。
3) 向容器中持续 16 小时通入氮气进行去氧处理。结束后请立即使用采样器。

3.3 放置 DGT

1) 在距采样窗口顶部（靠近握手处）1 到 2 cm 处做标记，此步骤也可在预处理阶段完成。
2) 缓慢的将采样器垂直插入沉积物中，直到记号处于沉积物与水界面的交界处。
3) 精确记录放置时间（分钟）和在放置过程中的温度，如果温度的变化在 2 摄氏度以内就取平均值作为这段时间内的温度。
4) 如果温度变化很明显，需要记录完整的温度变化情况，通过计算得到平均值。温度记录仪在本公司也有销售。

3.4 DGT 的回收

1) 从水体中取出固定装置，取下 DGT 装置，用超纯水冲洗采样口和装置表面。
2) 将 DGT 放入自封袋中，封袋保存，做好标记。

4. 样品分析与计算

4.1 HPLC 方法

该方法主要由三个步骤组成：1、利用有机溶剂对吸附在 XAD 18 吸附膜上的目标化合物进行洗脱 2、利用高效液相色谱（HPLC）分析洗脱液中目标化合物的浓度；3、利用公式计算滤膜-水界面的 DGT 可利用态时间平均浓度。该方法适用于大多数情况下的可被 XAD18 树脂吸附的目标化合物的分析。

检测器可根据实验需要及实验室条件选择。

- 分析仪器：HPLC-MS/UV…；

- HPLC 级甲醇；
- 标准样品，内标；
- 超纯水机（出水满足 18 MΩ/cm 要求）；
- 15/20 mL 棕色玻璃小瓶，内面用甲醇冲洗备用；
- 镊子，一字型螺丝刀，移液枪及枪头，超声装置；
- 所需试剂：配置分析所需的标准曲线。

4.1.1 样品处理与分析

1) 无需将 DGT 装置的盖子取出，用有 Teflon 涂层的刀片或陶瓷刀片，沿着采样窗口切割。
2) 将表面的滤膜和扩散膜取出后，小心的将吸附膜连同底部的（用于固定吸附膜）的滤膜一起取出。
3) 利用刀片将吸附胶切割到所需大小的条形。
4) 将切好的胶条放入 10mL 棕色瓶中，加入 3~5mL 的 HPLC 级甲醇进行洗脱。确保吸附膜完全浸没在洗脱液中；将玻璃瓶超声 20 分钟；将此步骤重复一遍。
5) 将两次洗脱液合并后氮吹浓缩至 1mL，上机分析。（如果沉积物中添加的化合物浓度高可以不用浓缩，根据实际情况调整）
6) 上机前，所有空白、标准样品、参照样品以及样品均需加入内标。

4.1.2 计算

1) 吸附膜上目标物的吸附量（M）可由方程（1）得到

$$M = C_e(V_e + V_{gel})/f_e \quad (1)$$

其中，C_e：洗脱液中目标物的浓度，可由稀释液中浓度乘以稀释倍数获得；V_e：所用洗脱液体积；V_{gel}：吸附膜的有效体积（根据吸附胶切割大小确定）；f_e：目标物的洗脱效率（具体数值请见附录）。

2) DGT 有效浓度（C_{DGT}）可由方程（2）得到

$$C_{DGT} = M\Delta g/(DtA) \quad (2)$$

其中，Δg为材料扩散层厚度，包括扩散膜厚度和滤膜厚度（具体数值请看标签）；D 为目标物在扩散层中的扩散系数（具体数值请见附录,请不要忘记 10^{-6}）；t 为 DGT 的放置时长（秒，s）；A 为 DGT 装置的采样窗口面积（根据包装标签上的具体数值及切割的窗口大小确定）。最终得到的 C_{DGT} 单位是 ppb (ug/L, ng/mL)。

附录一 目标化合物的洗脱效率

目标化合物	洗脱效率 f_e
农药	1
全氟化合物	1
非法药物	1

附录二 目标化合物的扩散系数

化合物种类	化合物	扩散系数 D (E^{-6} cm^2/sec) （25℃）
Antibiotics	Carbadox	3.79
	Ciprofloxacin	2.75
	Clarithromycin	1.95
	Difloxacin	3.20
	Enrofloxacin	2.96
	Erythromycin-H_2O	1.85
	Fleroxacin	1.03
	Leucomycin	1.43
	Lincomycin	3.1
	Lomefloxacin	3.07
	Monensin	0.58
	Norfloxacin	2.46
	Novobiocin	0.80
	Ofloxacin	2.24
	Oleandomycin	1.66
	Ormetoprim	3.94
	Pefloxacin	1.92
	Roxithromycin	1.49
	Salinomycin	0.61
	Sulfacetamide	4.76
	Sulfachlorpyridazine	3.59
	Sulfadiazine	4.23
	Sulfadimethoxine	3.84
	Sulfadoxine	3.85
	Sulfaguanidine	4.51
	Sulfamerazine	3.79
	Sulfameter	4.01
	Sulfamethazine	4.01
	Sulfamethoxazole	5.10
	Sulfamonomethoxine	4.08
	Sulfanilamide	6.24
	Sulfapyridine	4.75
	Sulfaquinoxaline	3.50
	Sulfathiazole	4.61
	Sulfisoxazole	3.79
	Trimethoprim	3.79
	Tylosin	1.09

维申环保

Estrogen	17-α-ethynylestradiol	5[a]
	17-β-estradiol	5.17[a]
	Estriol	5.20[a]
	Estrone	5.17[a]
Ilicit drugs	Amphetamine	8.38
	Ketamine	8.83
	Methamphetamine	9.28
PFAS	Perfluorooctane sulfonate	4.71
	Perfluorooctanoic acid	4.58

[a]: 使用 DGT 测量

不同温度下化合物的扩散系数可通过下列公式计算：

$$\log D_t = \frac{1.37023(t-25) + 0.000836(t-25)^2}{109 + t} + \log \frac{D_0(273+t)}{298}$$

D_0 为表中提供的 25℃化合物的扩散系数，D_t 为所需温度的扩散系数；t 为所需温度。

维申环保

版权归南京维申环保科技有限公司所有