

固相萃取法用于土壤硝基苯类化合物的测定

1 前言

硝基苯是一种广泛应用的化学原料，常见的硝基苯类化合物有硝基苯、二硝基苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯及二硝基氯苯等。该类化合物均难溶于水，易溶于乙醇、乙醚等其他有机试剂，应用于印染、国防、塑料、医药及农药行业。环境中的硝基苯主要来自化工厂、染料厂的废水废气，尤其是苯胺染料厂排出的污水中含有大量硝基苯。由于硝基苯结构稳定，较难降解，特别是进入水体会以黄绿色油状物沉入水底，并随地下水渗入土壤，长时间保持不变，因此造成的水体和土壤污染会持续相当长的时间，并对生态系统产生一系列的生态影响和环境效应同时通过植物的富集也会对人体产生危害。土壤中的硝基苯通常采用提取、净化、浓缩、进样的模式进行分析，其中净化方法常用的有凝胶渗透色谱法和固相萃取法。本文用 SPE400 全自动机械臂固相萃取仪对土壤中硝基苯类化合物的整个检测过程中的净化环节进行了实验。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

SPE400 全自动机械臂固相萃取仪、氮吹仪

1.2 试剂及耗材

正己烷、正己烷+二氯甲烷 (1+9)、正己烷+丙酮 (1+1)

佛罗里硅土固相萃取小柱 (1g/6mL)

3 实验方法

3.1 土壤样品前处理

3.1.1 脱水：将所采土壤样品置于搪瓷或玻璃托盘中，除去枝棒、叶片、石子等异物，充分混匀。称取 10~20g（精确到 0.01 g）新鲜样品进行脱水，加入适量无水硫酸钠，和样品搅拌均匀，研磨成细粒状备用。

3.1.2 提取：可选择索氏提取、加压流体萃取、超声波提取或微波提取等任意一种方式进行目标物的提取。下面以索氏提取为例：

将研磨好的土壤样品小心转入纸质套筒中，小心置于索氏提取器回流管中，在圆底溶剂瓶中加入 100 ml 正己烷+丙酮（1+1），提取 16~18 h，回流速度控制在 4~6 次/h。收集提取液。

3.1.3 浓缩：可选择氮吹浓缩或旋转蒸发仪浓缩，下面以氮吹浓缩为例：

将提取液转入浓缩管置于氮吹仪上，开启氮气至溶剂表面有气流波动但不形成气涡为宜。氮吹过程中应将已经露出的浓缩管壁用正己烷反复洗涤。当浓缩液剩余 10mL 左右时，加入 10ml 正己烷交换溶剂，继续浓缩至 2mL 左右。

3.2 固相萃取小柱净化

过程	试剂名称	用量	速度	等待时间	氮吹时间	空气助推	次数
活化	正己烷+二氯甲烷 (1+9)	12mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
	正己烷	12mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
上样		2mL	2mL/min	0s	0s	2mL	1
润洗上样	正己烷	2mL	80mL/min	0s	0s	3mL	2

洗脱	正己烷+二氯甲烷 (1+9)	12mL	2mL/min	0s	30s	5mL	1
----	-------------------	------	---------	----	-----	-----	---

4 结果与讨论

土壤中硝基苯类属于较难检测的一类污染物，目前，大气、地下水中硝基苯的检测已有标准方法，土壤中的测定方法还尚未统一，但针对整个实验流程中的净化环节，固相萃取使得净化过程实现自动化，减少人力的消耗，且实验过程中使用的有机溶剂采用密封处理，降低了对人体的伤害且仪器能精准的控制活化、上样、洗脱等溶剂流速，使样品净化的更为充分。

注意事项

[1]. 参考方法中标明活化液液面消失前上样，因此第二阶段活化后无需设置等待时间，在保持小柱中存有少量活化液的状态下上样。

[2]. 润洗上样中 80mL/min 的润洗速度可实现喷淋润洗，减少样品溶液的残留比，同时润洗过程中应始终保持小柱填料上方留有液面。

[3]. 最后一步洗脱时在保证实验效率的基础上，需要设置氮吹及较大的空气助推，以保证将洗脱液最大程度的收集。

[4]. 实验中用到的试剂均为色谱纯或同级别。

参考文献

[1]. 《全国土壤污染状况详查土壤样品分析测试方法技术规定》(修改版)