

土壤检测中二苯醚类物质的萃取研究

叶万川

东莞市慧丰环保科技有限公司

DOI:10.32629/eep.v2i6.292

[摘要] 针对土壤中二苯醚类有毒物质的检测,本文设计了五项实验探究影响土壤目标物质萃取效果的因素,实验证明,使用丙酮-二氯甲烷 1:1 配比的萃取剂的萃取效果更好,选择萃取温度在 120° C~140° C 之间最合适。

[关键词] 萃取; 二苯醚; 配比; 温度

前言

化工行业的废水与残渣排放、农药的使用都会把一些有毒物质沉积到土壤中引起土壤污染,进一步可能会引起地下水污染,这些有毒物质就包括二苯醚(化学式C₁₂H₁₀O)、十二烷基二苯醚(化学式C₂₄H₃₄O)等^[1]。环保行业、部门负责着检测与治理修复环境污染的工作,其中对于土壤检测就需要先从土壤中提取目标物质,提取这个环节极大地影响着检测结果,因此本文将探究影响土壤目标物质萃取效果的因素。

1 实验设计

本文将通过多组实验进行,形成对照的效果^[2],指标将通过萃取率表示:

$$\text{萃取率} = \frac{\text{土壤中目标物质的检测含量}}{\text{纯品中目标物质的检测含量}} \times 100\% \quad (1)$$

在探究影响萃取效果的因素之前,先分别进行二苯醚纯品、十二烷基二苯醚纯品的纯度检测,由于实验过程会存在仪器本身产生的误差,因此该纯度检测是必要的,如此在利用同样的仪器进行土壤检测时就具有等效的说服力。参考图1的总实验方案进行以下各组实验。

实验(1): 分别称取5gC₁₂H₁₀O纯品与40g无水Na₂SO₄混合各三份,置于研钵中进行充分研磨,三份粉末分别搭配20mL丙酮-正己烷(配比1:1)、20mL丙酮-二氯甲烷(配比1:1)、20mL丙酮置于三个ASE萃取仪^[3],调节实验环境为10.3Mpa压强、120° C温度,静止10分钟后进行固液分离,分离过程让溶液在重力作用下流入烧瓶中的时间维持10分钟,以尽可能减少溶液在仪器的残留,得到三个由不同萃取剂处理的溶液,然后分别置于30mL的浓缩瓶中,利用KD浓缩法将溶液浓缩至1mL(浓缩瓶有刻度参考),最后利用气相色谱-质谱法(GC-MS)检测获得数据。

实验(2): 与实验(1)不同的是取料,分别称取5gC₂₄H₃₄O纯品与40g无水Na₂SO₄混合各三份置于研钵中,后面的实验步骤与实验(1)相同。

实验(3): 与实验(1)不同的是取料,分别称取5g土壤样品与40g无水Na₂SO₄混合各三份置于研钵中,后面的实验步骤与实验(1)相同。

对实验1-3的数据进行统计与归类,然后利用公式(1)的

原理进行计算,把计算结果用图表表示如图2:

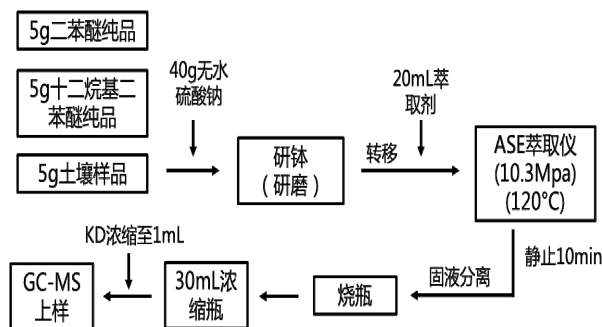


图1 实验总方案设计

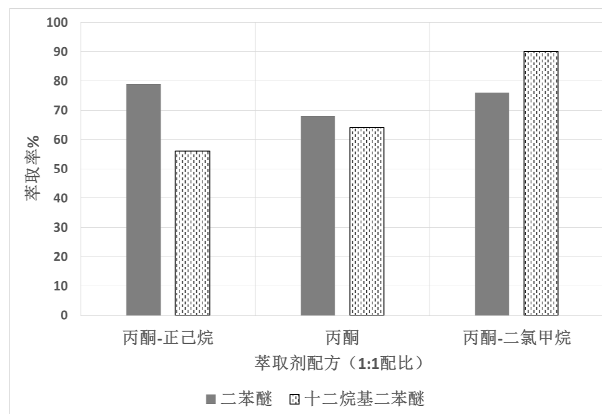


图2 萃取剂配方对目标物质的萃取率影响

图2描述的是基于ASE萃取法,丙酮-正己烷1:1配比、丙酮-二氯甲烷1:1配比以及单独使用丙酮作为萃取剂时对土壤中二苯醚、十二烷基二苯醚两种物质萃取率的影响。由此可见,使用丙酮-二氯甲烷1:1配比的萃取剂的萃取效果更好,分析其原因,二氯甲烷比丙酮萃取十二烷基二苯醚的效果更突出,因此在1:1配比丙酮、二氯甲烷时,二氯甲烷溶解了更多的十二烷基二苯醚并促进了二苯醚从土壤中的分离,从而丙酮也溶解了较多的二苯醚。

基于图2所得的结论,选择丙酮-二氯甲烷1:1配比作为萃取剂,进一步探究萃取温度对土壤目标物质萃取效果的影响。

实验(4): 称取5g土壤样品与40g 无水Na₂SO₄混合各五份置于研钵中进行充分研磨,五份粉末均各自搭配20mL丙酮-二氯甲烷(配比1:1)置于五个ASE萃取仪,调节实验环境

为10.3Mpa压强,而温度分别调为80° C、100° C、120° C、140° C、160° C,静止10分钟后进行固液分离,分离过程让溶液在重力作用下流入烧瓶中的时间维持10分钟,得到五个不同温度下萃取的溶液,然后分别置于30mL的浓缩瓶中,利用KD浓缩法将溶液浓缩至1mL,最后利用气相色谱-质谱法(GC-MS)检测获得数据。

以实验(1)使用丙酮-二氯甲烷为萃取剂时纯品中二苯醚的测量含量为实验(4)土壤中二苯醚的参照标准,以实验(2)使用丙酮-二氯甲烷为萃取剂时纯品中十二烷基二苯醚的测量含量为实验(4)土壤中十二烷基二苯醚的参考标准,结合公式(1)的原理计算,结果统计如图3所示:

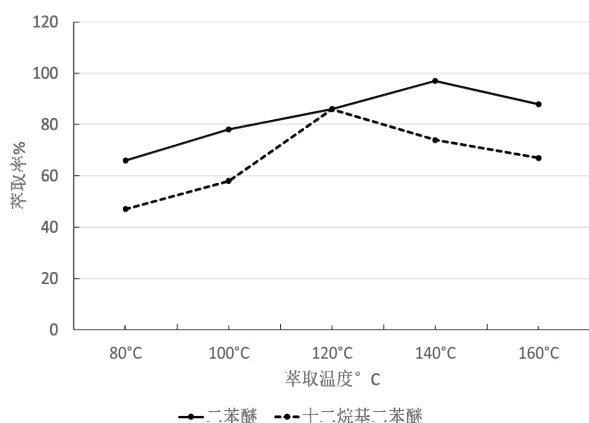


图3 萃取温度对目标物质的萃取率影响

图3描述的是基于ASE萃取法,五种不同温度对土壤中二苯醚、十二烷基二苯醚两种物质萃取率的影响。由图可见,随温度升高,萃取率也会增大,但大于140° C,温度增加而萃取率降低,分析其原因是,温度过高,二苯醚与十二烷基二苯醚两种物质会挥发减少。可见选择萃取温度在120° C~140° C之间最合适。

2 结语

本文主要面向污染土壤的二苯醚类物质探究其萃取的工艺,通过多组实验获知丙酮-二氯甲烷1:1配比的萃取剂相对丙酮-正己烷1:1配比、单独使用丙酮时更有效,以及选择120° C~140° C的萃取温度也能使得萃取效率更高,期望本研究能为土壤治理提供有效的借鉴。

[参考文献]

[1]董媛.城市垃圾焚烧厂周边多溴二苯醚的污染状况[A].中国化学会.中国化学会第29届学术年会摘要集——第20分会:环境与健康[C].中国化学会:中国化学会,2014:1.

[2]边霞.对照实验的设计与应用研究[J].中学化学教学参考,2018,(08):62-63.

[3]安国荣,张啟云,张国龙,等.快速溶剂萃取仪(ASE)萃取-气相色谱测定黑枸杞中有机氯[J].化学工程师,2017,31(7):25-28.

作者简介:

叶万川(1989--),男,广东东莞人,汉族,本科学历,研究方向:环境保护工程。