

土壤中酚的超声波提取^{*}

钟爱国

(台州学院化学系 浙江临海 317000)

2001 年 10 月 31 日收到

摘要 以合成土样为对象,研究了超声波辅助提取苯酚的条件及其提取效率。用中档超声波场辐射试样 2×30 s, 30 ml 丙酮-正己烷 (体积比 1:1) 分两次萃取 10.0 g 合成土样中的苯酚,这时所获收率最高。在选定条件下用于实际土样分析,以索氏萃取 4 h 的结果为对照基准,本方法的平均回收率为 97.8%, RSD 为 1.5%。

关键词 超声波提取, 苯酚, 土壤

Ultrasonic extraction of phenol from soils

ZHONG Aiguo

(Department of Chemistry, Taizhou Colloge, Linhai 317000)

Abstract A soil sample preparation method was established for extracting phenol with the aid of ultrasonic energy. The optimum parameters for determination of the content phenol in soil are studied. The average recovery of phenol is 97.8% and the RSD is less than 1.5%. This method is more efficient, time-saving and solvent-saving, compared with the classical Soxhlet extract.

Key words Ultrasonicwave extract, Phenol, Soil

1 引言

近年来,酚类物质对环境的影响引起人们的高度重视,被列为环境优先监控污染物。测定土壤和沉积物中的酚一般都要经过预分离处理。但是,迄今这样的酚尚无满意的制样方法。已有的方法如索氏萃取法,其不足之处在于加热回流时间长,试剂耗量多,且易污染操作环境。作者在超声波浴槽系统中辐照土样,研究了超声波辅助提取苯酚的作用条件及其影响提取效率的因素。在优化的条件下得到了较为满意的结果。

2 实验部分

1.1 仪器与试剂

721 型分光光度计; QS-500 型超声波清洗槽 (主频率 19.58 kHz, 功率 I、II、III 档, 宁波石楠电器厂); 三氯甲烷, 正己烷, 丙酮, 甲醇, 苯酚, 以上均为分析纯; 50 ml 小口容量瓶, 聚四氟乙烯生料带等。

1.2 试验方法

试样制备: 称取去油去杂的沙土样 100.0 g, 置于 100 ml 碘量瓶中, 加入 1.0 g/l 的苯酚标准液 0-10 ml, 搅拌均匀, 置于阴凉处密闭陈化 7

天,成系列标样。

超声波提取:称取上述标样 10.0 g,置于 50 ml 容量瓶中,加入数滴二次重蒸水使试样均匀润湿,再加 15 ml 正己烷-丙酮混合溶剂(体积比为 1:1),以 8 层生料带密封瓶口,置于超声波液槽内接受超声波辐射 30 s($28 \pm 2^\circ\text{C}$; 超声功率 II 档,声强据称约为 $8.3\text{ W}/\text{cm}^2$)。离心分出提取后液;剩余固体物再以 15 ml 新鲜溶剂在超声波槽中辐射 30 s,离心分出提取后液;合并两次提取液。用新的混合溶剂定容于 100 ml 容量瓶中,提取液中的苯酚,采用 4-氨基安替比林-铁氰化钾光度比色法^[1]进行测定。

1.3 校准曲线

用正己烷-丙酮混合溶剂(体积比 1:1)混配成模拟标准苯酚液($1.0\text{ g}/\text{L}$),稀释后,用文献[1]法测得其线性范围为 $6\text{--}80\text{ mg}/\text{L}$,检出限为 $4.0\text{ mg}/\text{L}$ 。

3 结果与讨论

3.1 超声功率及温度的选择

超声功率低(I档)时,苯酚提取不完全;若功率太高(III档),密封体系会在很短时间内产生较大的压强,使生料带破裂,试样中的酚会大量挥发。实验表明,在中档(II档)功率下,提取完全的时间较短,又易于控制密封条件。在选定的功率下,测定不同温度下的超声提取效率,得出从室温到 40°C ,回收率均大于 93% 以上,因此温度选为室温($28 \pm 2^\circ\text{C}$)、超声功率选为中档。

3.2 辐射时间及方式的选择

分别以 5、10、15、20、25、30、40 s 辐照(II档功率)体系,结果以每次 30 s 为宜。太短,则萃取率较低;太长,则目标物苯酚会因超声空化效应导致降解。同时还发现,在 30 s 内,用超声连续辐射提取和间歇处理效果基本一样^[2]。为简便起见,本文选择前者。

3.3 提取剂及用量的选择

分别用三氯甲烷、正己烷、丙酮、甲醇和

正己烷-丙酮混合溶剂作提取剂萃取试样中的苯酚。结果表明,用正己烷-丙酮混合溶剂作萃取剂最宜;加入 20~70 ml 混合溶剂进行超声波萃取,当溶剂用量大于 20 ml 时,萃取率基本稳定,且均大于 95%。因此,本文选择 30 ml。

3.4 提取次数

在上述确定的辐射时间和溶剂总量下,分 1、2、3 次进行提取,发现提取 2 次,每次用 15 ml 溶剂时提取率最高。

3.5 索氏法与超声提取的比较

对配成苯酚浓度为 $32.5\text{ mg}/\text{kg}$ 模拟土样,进行加标(5、10、15 mg/kg)平行试验($n=5$),得出本方法回收率为 97.6~98.5%,RSD 为 1.5~2.0%。

用本法和索氏法萃取某化工厂附近的受污染土样中的酚,并进行光度法对比分析。结果如表 1 所示。从表 1 可以看出,索氏法萃取耗时长,需要溶剂量多;超声波二次辐照萃取所得回收率高于索氏萃取 1.5 h 所得的回收率,而与索氏萃取 4 h 的回收率相当。

表 1 两种制样方法萃取土样中的苯酚效果比较($n=5$)

方 法	溶剂体 积 (ml)	处理时 间 (min)	平均值 (mg/kg)	RSD (%)	回收 率 (%)
本 法	2×15	2	30.5	1.5	97.8
索氏法	100	90	20.5	1.8	67.9
索氏法	100	240	30.2	1.6	97.0

4 结论

本文借助于超声辐射节能、省溶剂和能同时处理多份试样的特点,以 30 ml 丙酮-正己烷为提取剂,经过两次 30 s 的超声波辐射预处理,即可将土壤中的酚类污染物萃取出来。这对土壤环境的监测具有较大意义。

参 考 文 献

- 1 国家环保局编.水和废水监测分析方法.北京:中国环境科学出版社,1989.417~419.
- 2 秦炜,原永辉,戴猷元.化工进展,1995,(1):1~5.