

固相萃取法用于土壤苯胺类化合物的测定

1 前言

土壤污染是当前人类面临的一个极为重要的、全球性的环境问题之一。土壤中污染物主要包括重金属、有机污染物、放射性物质、过量氮、磷以及病原菌等，它们对粮食安全和人类生存环境产生胁迫。其中，苯胺类是一种重要的有机化工原料，环境中的苯胺主要来源于橡胶、印染、制药、塑料、等工艺生产过程。环境中苯胺的残留量已引起人们的极大关注，早已将其列入优先监测的污染物。因此，建立简单、快速、灵敏有效的苯胺类测定方法十分必要。本文用固相萃取法对土壤中苯胺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、旋涡混匀器，超声波清洗器

1.2 试剂及耗材

二氯甲烷、正己烷、甲醇、乙酸乙酯、正己烷+丙酮 (1+1)

C18 固相萃取小柱 (1g/6mL)

佛罗里硅土固相萃取小柱 (1g/6mL)

3 实验方法

3.1 C18 固相萃取小柱净化 (液相法)

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	二氯甲烷	5mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
	甲醇	5mL	2mL/min	300s	0s	2mL	1
上样		2mL	2mL/min	0s	0s	2mL	1
润洗上样	正己烷	2mL	60mL/min	30s	0s	2mL	2
洗脱	甲醇	5mL	2mL/min	300s	60s	5mL	1

3.2 佛罗里硅土固相萃取小柱净化（气相法）

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	10mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
	乙酸乙酯	10mL	3mL/min	0s	0s	2mL	1
上样		1mL	2mL/min	0s	0s	2mL	1
润洗上样	正己烷	1mL	80mL/min	0s	0s	4mL	2
洗脱	乙酸乙酯	12mL	2mL/min	0s	60s	5mL	1

3 结果与讨论

使用固相萃取法净化土壤中苯胺类物质，整个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、洗脱等溶剂流速和国标中对实验过程的要求，使样品净化的更为充分。

注意事项

- 1、活化步骤的流速保持适中，保证活化液充分湿润吸附剂即可。上样和洗脱过程流速应当适当慢一些，以使目标物尽量多的保留在柱内以及最后可以完全将其洗脱。
- 2、C18 小柱第二步活化时要求小柱充满活化液后浸润 5min，实验过程中应该注意当甲醇活化液开始流出时开始进入等待时间。
- 3、C18 小柱在活化液流干前上样，样品液流干前洗脱。
- 4、C18 小柱洗脱时洗脱液需浸润小柱 5min 后收集，此步骤中增加一段氮吹时间和空气助推可将洗脱液最大程度的收集。
- 5、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。
- 6、土壤苯胺类化合物的净化本文分别列举了液相和气相检测所用到的不同的固相萃取方法，两种方法的试剂和用量上存在明显差别，需针对后期不同的检测设备选用不同的净化方法。
- 7、实验所用有机试剂均为色谱纯或同级别。

参考文献

- [1]. 《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱—三重四级杆质谱法》
- [2]. 《全国土壤污染状况详查土壤样品分析测试方法技术规定》(送审稿修改版)