



离子色谱园地

ASE —— 一种用于土壤中环境 有机化合物快速制备的加速 溶剂萃取体系

(美国 DIONEX (戴安) 公司中国应用研究和技术服务中心)

在有机分析中,很少有普遍适用的进行土壤有效处理的自动萃取体系.多年来,美国环境保护局(EPA)也一直试图解决这一问题.索氏萃取虽然是实验室中使用最多的方法,但其萃取时间太长(大约16h),溶剂用量很大(>500ml),使用时并不理想.其它一些方法虽能部分克服索氏萃取的缺点,但它们本身也存在这样或那样的问题:例如超声萃取使用的溶剂仍然较多,仪器保养要求较高,在使用时可能会破坏某些分析物(如有机磷化合物);超临界流体萃取(SFE)常常需要一种共溶剂,而且其应用范围较窄.操作人员要有很高的技术才能得到可靠的结果.

ASE是DIONEX公司新近的研究成果,它采用SFE萃取池作为萃取容器,在高温加压条件下采用有机溶剂作为萃取介质.其萃取结果与应用范围可与索氏萃取相媲美,而萃取时间和溶剂用量却大大减少.

* 方法原理

在高温条件下,分析物从基体上的解吸和溶解动力学过程加快,因此减少了萃取时间;加热的溶剂具有较强的溶解能力,因此减少了溶剂用量.在萃取过程中保持一定的压力,其目的在于使溶剂保持液相.

* 操作步骤

ASE体系非常简单,其主要部分包括一个带有电控加热器的不锈钢样品池和泵,其萃取过程如下:(1)样品池进样;(2)输入溶剂,加压;(3)在定压下使样品池升温;(4)静态萃取;(5)将萃取液转入收集瓶;(6)用氮气吹洗池;(7)进下一个样品.其中进样、密封、阀和升温操作等步骤均为自动进行.

* 实际应用

将土壤或沉积物样品(最多可达30g)与无水硫酸钠混合或经风干,研细至100—200目(150 μ m到75 μ m),置于大小合适的萃取池中(萃取池有11, 22和33ml三种规格),在100 $^{\circ}$ C条件下萃取10min,萃取池压力一般选择在1500—2000psi之间.萃取结束后用100psi的氮气进行吹洗,吹洗时间30s.

萃取溶剂推荐采用:对于多氯联苯和有机氯农药,采用丙酮+己烷(1+1)溶剂;对于半挥发性物质和有机磷化合物,采用丙酮+二氯甲烷(1+1)溶剂;对于氯化除草剂,

采用磷酸酸化的丙酮+二氯甲烷 (2+1) 溶剂。萃取结束后, 萃取液可以进行浓缩或稀释, 必要时还可以转入与采取的净化或测定方法相适应的溶剂中去。

*** 优点**

1. 萃取速度快: 对于土壤样品, 萃取时间平均为 11min.
2. 溶剂用量少: 每 10g 样品只需 10—15ml.
3. 操作简单: 对于操作人员无特殊要求, 一看就会.
4. 功能强大: 既可以多达 24 份样品 (包括 20 份一般样品, 两份加标样品, 一份空白样品和一份质控样品) 采用同一种方法进行萃取, 也可以通过一个程序, 将用于每份样品的不同的萃取条件组合起来。有利于改进方法和迅速筛选多种样品类型.
5. 萃取效率高: 通过进行加标回收率对比实验和标准参考物质测定实验, 对于半挥发性化合物、有机氯农药、有机磷化合物、多氯联苯、多环芳烃等, ASE 都具有与索氏萃取相似或更高的萃取效率.
6. 使用方便灵活, 应用范围广: 可采用索氏萃取用的溶剂; 方法与基体无关, 同一萃取条件可用于各种土壤类型.
7. 操作安全可靠: 萃取池在加热过程中, 压力可实现自动监控.
8. 萃取残留少: 两次萃取之间无残留检出.

由于 ASE 具有以上无可比拟的优越性, 因此它一出现, 便被美国环境保护局 (EPA) 列为推荐方法 (SW-846 方法 3545).

(陈青川 供稿)