

• 监测技术 •

# 回流萃取法提取水中有机物

张景明

(江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210036)

**摘要:** 通过对水中壬基酚及其聚氧乙烯醚等的提取试验, 发现回流萃取是提取水中半挥发性有机物的一种很有效的方法。对提取剂进行了选择, 表明环己烷效果较好, 具有较高的回收率和较好的重现性。为保证高沸点壬基酚聚氧乙烯醚加合物的回收率在95%以上, 取90 min作为回流萃取时间。最后对回流萃取法的优点作了较详细的阐述。

**关键词:** 回流萃取; 壬基酚; 半挥发性有机物

中图分类号: O652.62 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)02-0024-02

## Application of Reflux Extraction in Organic Substance Abstraction of Water

ZHANG Jing-ming

(Jiangsu Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210036, China)

**Abstract:** During the abstraction experiment of nonyl phenol and polyvinyl ethyl chloride, the method of reflux extraction was founded to be a good way to abstract half volatile organic substance. Among abstractors, cyclohexane has a high recovery rate. In order to assure that the recovery rate of adduct of nonyl phenol and polyvinyl ethyl chloride was more than 95%, extraction time was 90 min. The advantage of reflux extraction was introduced.

**Key words:** Reflux extraction; Nonyl phenol; Half volatile organic substance

回流萃取是同时用蒸气蒸馏、回流和溶剂不断萃取的前处理过程, 文献上称为彻底的蒸气蒸馏操作, 这里简称回流萃取。蒸气蒸馏尽管存在不少缺点, 但仍是一些痕量分析的前提, 往往具有不可代替的作用。蒸气蒸馏和液-液萃取的有机结合, 既克服了蒸气蒸馏的一些缺点, 也克服了液-液萃取的复杂操作, 因此被广泛应用。现将装置加以改进, 把萃取剂管放在外面, 既便于加工, 又增加了回流液穿过萃取剂的时间, 提高了萃取效率, 减少了萃取剂的损失, 特别是在高富集率的情况下(从0.5 L~2 L浓缩至1 mL~2 mL), 简化了前处理操作过程, 不须再行浓缩, 且保证了方法回收率<sup>[1]</sup>。

### 1 试验

#### 1.1 主要试剂和仪器

环己烷, 异辛烷, 均需用5A分子筛处理; 无水硫酸钠, 300℃烘干4h; 回流萃取装置一套, 自行设计制作, 如图1; HPLC色谱仪。

#### 1.2 试样



图1 回流萃取器

壬基酚(NP); TX-10(NPEO-10); 壬基酚聚氧乙烯醚-2(NPEO-2); 壬基酚聚氧乙烯醚-4(NPEO-4)。

#### 1.3 操作

取水样500 mL, 加氯化钠10 g和少许碳酸氢钠调节pH至7.0~7.5, 加溶剂(萃取剂)2 mL于

收稿日期: 2001-05-08; 修订日期: 2001-12-26

作者简介: 张景明(1969-), 男, 江苏沛县人, 工程师, 硕士, 已发表论文2篇, 从事环境监测工作。

回流提取器, 恒电压下加热回流。回流结束, 冷却至室温, 调节液面高度, 读出溶剂体积, 用无水硫酸钠干燥后直接进 HPLC 检测。

## 2 结果和讨论

### 2.1 提取剂的选择

选用的提取剂为有机溶剂, 要难溶于水, 密度比水小, 沸点不能太低, 萃取时分配比要高。常用的提取剂有苯、异辛烷、环己烷, 考虑到苯毒性较大, 此实验只比较了异辛烷和环己烷。

称取 NP 配制标准溶液, 将此溶液分为若干等份, 用二次蒸馏水稀释至 500 mL, 在稳定电压下, 分别用异辛烷、环己烷作提取剂回流萃取 1.5 h, 冷却后读出体积, 脱水, 用正相 HPLC 检测, 结果见表 1。

表 1 异辛烷和环己烷回流萃取 NP 的回收率(  $n = 3$  ) %

萃取剂	回收率	相对标准差
异辛烷	85.1	3.3
环己烷	97.5	0.77

从表 1 可知, 环己烷的萃取效率比异辛烷高, 有较高的回收率和很好的重现性, 满足了分析的要求。因此, 选定环己烷作 NP 的萃取剂。

### 2.2 回流时间的选定

本提取是通过回流液穿过溶剂时, 检测物被萃取剂溶解而得到富集。要保证有较高的回收率, 必须有足够的回流时间, 但在回流到一定程度后, 回收率便不再提高, 或者提高很慢, 此时就可不必继续回流。因此, 有必要选择合适的回流时间, 即在最少的时间内得到满意的回收率。对 NP 在不同回流时间下的回收进行了试验, 结果见表 2。

表 2 不同回流时间的 NP 回收率(  $n = 3$  ) %

回流时间 $t/\text{min}$	60	70	80	90	100
回收率	68.1	89.3	97.8	96.7	99.1
	74.8	91.2	98.0	97.5	97.1
	73.5	90.5	96.4	98.2	96.9
平均回收率	72.1	90.3	97.4	97.5	97.7

从表 2 可以看出, 回流 80 min 时 NP 回收率大多达 97% 以上, 可满足要求。考虑到回流萃取

过程中, 同时要保证 NP1EO、NP2EO 的回收率( 它们的沸点均比 NP 高), 为此对 NPEO- 2 作 90 min 回流萃取, 结果见表 3。

表 3 NPEO- 2<sup>①</sup>各加合物回流 90 min 的回收率(  $n = 4$  ) %

组分	回收率	相对标准差
NP1EO	99.4	1.07
NP2EO	95.4	0.80
NP3EO	51.7	3.6
NP4EO	26.9	16.5
NP5EO	14.0	19.7

①NPEO- 2 为多种 NPEO 加合物的混合物, 其所有加合物中的总 EO 与 NP 物质的量之比为 2, NP2EO 则为含 2 个 EO 的单一化合物, 其他类同。

从表 3 可看出, 当回流萃取 90 min, NP1EO、NP2EO 回收率均在 95% 以上, 而较高 EO 数加合物的回收率却远远达不到要求。又对 NPEO- 4 各加合物作回流萃取试验, 结果与 NPEO- 2 较为一致。为验证回流萃取中高 EO 数加合物的影响, 又以 TX- 10 配制溶液作回流萃取试验, 结果显示在 NP、NP1EO 处无明显峰出现, NP2EO 处也仅有小峰, 这和 TX- 10 的实际组成相吻合。由此表明, 在回流萃取中, 高 EO 数加合物没有降解或无明显降解, 对检测不构成影响。因此, 回流萃取可获得 NP、NP1EO、NP2EO 有效又可靠的富集。

### 3 回流萃取法的优点

它的优点在于: (1) 回流萃取消除了废水对溶剂萃取常常遇到的干扰和乳化现象; (2) 回流萃取技术不会像普通索氏提取法提取沉积物常常因沉积物中的色素和蜡也被提取而呈现暗黄绿色或黑色; (3) 回流提取液通常是无色的, 进行 HPLC 检测前不须对提取液洗涤, 如有较多硫元素的干扰, 可用 Ranny-Copper 回流提取加以除去; (4) 对沸点较低组分的回收率大于索氏提取法; (5) 改进的回流萃取装置, 比索氏法提取更为简单易行。

[参考文献]

- [1] 张景明. 污水中烷基酚聚氧乙烯醚检测方法的研究[D]. 南京: 南京化工大学应用化学系, 1997.