

张文强,单保庆,张洪,唐文忠.基于液相 $^{31}\text{P}$ 核磁共振技术的河流沉积物有机磷提取剂选择研究[J].环境科学学报,2014,34(1):194-201

基于液相 $^{31}\text{P}$ 核磁共振技术的河流沉积物有机磷提取剂选择研究

### Characterization and optimization of the extractants for solution $^{31}\text{P}$ -nuclear magnetic resonance ( $^{31}\text{P}$ -NMR) analysis of organic phosphorus in river sediments

关键词: [有机磷](#) [沉积物](#)  [\$^{31}\text{P}\$ 核磁共振](#) [提取剂](#)

基金项目: [国家自然科学基金 \(No. 20907067, 21107126\)](#); [国家水体污染控制与治理重大专项 \(No. 2012ZX07203-006\)](#)

作者 单位

张文强 1. 中国科学院生态环境研究中心环境水质学国家重点实验室, 北京 100085; 2. 中国科学院大学, 北京 100049

单保庆 中国科学院生态环境研究中心环境水质学国家重点实验室, 北京 100085

张洪 中国科学院生态环境研究中心环境水质学国家重点实验室, 北京 100085

唐文忠 中国科学院生态环境研究中心环境水质学国家重点实验室, 北京 100085

摘要: 以高磷污染河流沉积物为研究对象, 利用液相 $^{31}\text{P}$ 核磁共振 ( $^{31}\text{P}$ -NMR) 技术研究了沉积物中有机磷提取剂的选择和提取过程. 结果表明: 前提取以BD和EDTA效果最佳, TP和Po的提取量分别为  $(322.87 \pm 13.81)$  和  $(119.76 \pm 16.00) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、 $(24.91 \pm 15.25)$  和  $(20.90 \pm 2.58) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ , 2种提取剂均促进了NaOH的提取效率, 前提取后NaOH提取液中TP和Po的提取量分别达到  $(2271.20 \pm 75.63)$  和  $(2477.40 \pm 112.71) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、 $(152.04 \pm 1.55)$  和  $(186.93 \pm 20.53) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ; 对顺磁性离子Fe和Mn而言, 利用BD和EDTA+ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 作为前提取剂可以提取更多的Fe离子, 提取液中的浓度分别为  $(5116.57 \pm 24.32)$  和  $(10677 \pm 215.61) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ; EDTA和EDTA+ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 提取剂对Mn的去除效率较高, 提取液中浓度分别为  $(243.02 \pm 2.80)$  和  $(266.61 \pm 1.61) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ . 液相 $^{31}\text{P}$ -NMR图谱显示, 上述提取剂处理后均可得到正磷酸盐、焦磷酸、磷酸单酯、磷脂和DNA 5种磷形态, 其中EDTA可提高沉积物中正磷酸盐、焦磷酸盐、磷脂和DNA的含量. 综合考虑: 利用EDTA和NaOH两步提取可实现较高的Po提取量和较低的顺磁性离子干扰, 并得到理想的核磁共振图谱, 从而保证沉积物中有机磷液相 $^{31}\text{P}$ -NMR分析的科学性和有效性.

**Abstract:** A two-step extraction using different extractants was studied on the phosphorus (P) pollution river sediments by solution  $^{31}\text{P}$ -NMR. Pro-extraction using BD or EDTA all increased TP and Po extraction amounts in NaOH post-extraction, which were  $(2271.20 \pm 75.63)$  and  $(2477.40 \pm 112.71) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$  for TP, and  $(152.04 \pm 1.55)$  and  $(186.93 \pm 20.53) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$  for Po. Moreover, the extractants (BD or EDTA+ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ) increased Fe extraction amounts in pro-extraction, reaching  $(5116.57 \pm 24.32)$  and  $(10677 \pm 215.61) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ , respectively, while EDTA or EDTA+ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  increased Mn extraction amounts in pro-extraction, reaching  $(243.02 \pm 2.80)$  and  $(266.61 \pm 1.61) \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ , respectively. Five P species, including orthophosphate (ortho-P), pyrophosphate (pyro-P), orthophosphate monoesters (mono-P), phospholipids (lipids-P) and deoxyribonucleic acids (DNA-P), were all detected in different extractions, and the EDTA pro-extraction could increase the concentrations of ortho-P, pyro-P, lipids-P and DNA-P. The results showed that the two-step extraction using EDTA and NaOH could increase TP and Po extraction amounts in post-extract and Fe and Mn extraction amounts in pro-extract, which optimized  $^{31}\text{P}$ -NMR spectroscopy for Po analysis.

**Key words:** [organic phosphorus](#) [sediment](#)  [\$^{31}\text{P}\$ -NMR](#) [extractant](#)

摘要点击次数: 60 全文下载次数: 114

[关闭](#)[下载PDF阅读器](#)

您是第4057482位访问者

主办单位：中国科学院生态环境研究中心

单位地址：北京市海淀区双清路18号 邮编：100085

服务热线：010-62941073 传真：010-62941073 Email: [hjkxxb@rcees.ac.cn](mailto:hjkxxb@rcees.ac.cn)

本系统由北京勤云科技发展有限公司设计