

气相色谱法快速分析土壤中石油烃 (C₁₀-C₄₀)

GC-219

摘要： 本文使用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了一种快速分析土壤中石油烃的方法。该方法与标准相比分析效率提高 4 倍以上，且石油烃在 5~500 mg/L 范围内线性良好，相关系数大于 0.9997；取 10.0 mg/L 的石油烃标准溶液连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差为 2.5%；在实际样品中添加 10 mg/L 石油烃混合标准溶液，平行测定 3 份样品，石油烃的平均回收率为 87.1%，相对标准偏差为 2.0%。该方法简单快速，回收率高，重复性好，可为高通量石油烃分析提供参考。

关键词： 气相色谱法 石油烃 土壤

石油烃是多种烃类（正烷烃、支链烷烃、环烷烃、芳烃）和少量其他有机物，如硫化物、氮化物、环烷酸类等的混合物，是环境中普遍存在的污染物之一。在原油开采、运输、冶炼等过程中的事故及管理不善，含油废水排放、石油制品挥发等都会导致石油烃污染物泄漏，从而对环境造成危害。

石油烃污染物进入土壤后，影响土壤通透性、微生物多样性、作物生长等，造成粮食减产，甚至在粮食中积累，影响粮食品质，并通过食物链危害人类健

康。土壤中石油烃也会伴随降水渗透到地下水，污染浅层地下水环境，影响饮用水水质。因此，对石油烃类的污染监测具有很重要的现实意义。

参考 HJ 1021-2019《土壤和沉积物 石油烃 (C₁₀-C₄₀) 的测定 气相色谱法》分析方法，数据采集时间需 30 min 以上，分析周期长。本方案采用小口径短色谱柱进行分析，将分析时间缩短至 8 min 以内，简单快速，有效提高分析效率，助力土壤环境检测。

■ 实验部分

1.1 主要仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 色谱条件

色谱柱：KB-5ms (10 m×0.1 mm×0.1 μm)

柱温：80°C (0.2 min)_70°C /min_200°C_50°C /min_340°C (3.29 min)

进样口：320°C

检测器：FID

色谱柱流量：0.75 mL/min

检测器温度：350°C

分流比：50:1

进样量：1 μL

■ 样品制备

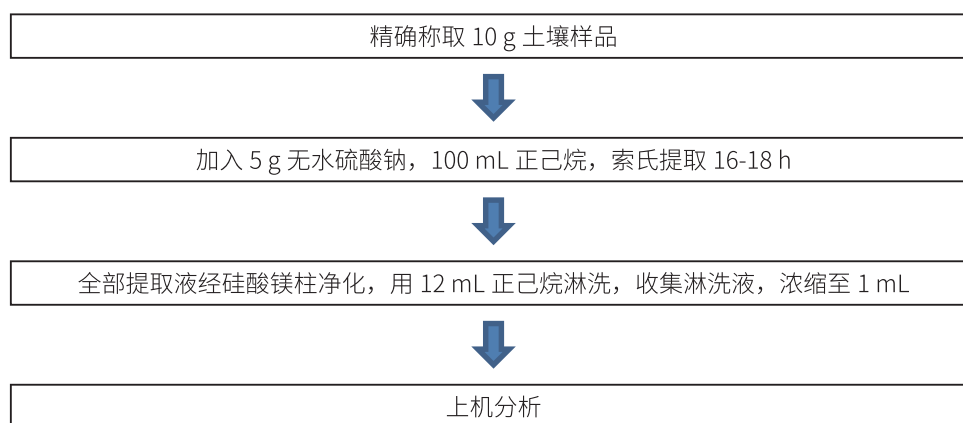


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 石油烃定性样色谱图

取 100 mg/L 正癸烷 (C₁₀) 和 300 mg/L 正四十烷 (C₄₀) 单标准溶液 1:1 混合后进样分析, C₁₀ 保留时间为 0.82 min, C₄₀ 保留时间为 5.91 min。以正癸烷的出峰开始时间确定为石油烃 (C₁₀-C₄₀) 的开始时间, 正四十烷的出峰结束时间确定为石油烃 (C₁₀-C₄₀) 的结束时间。

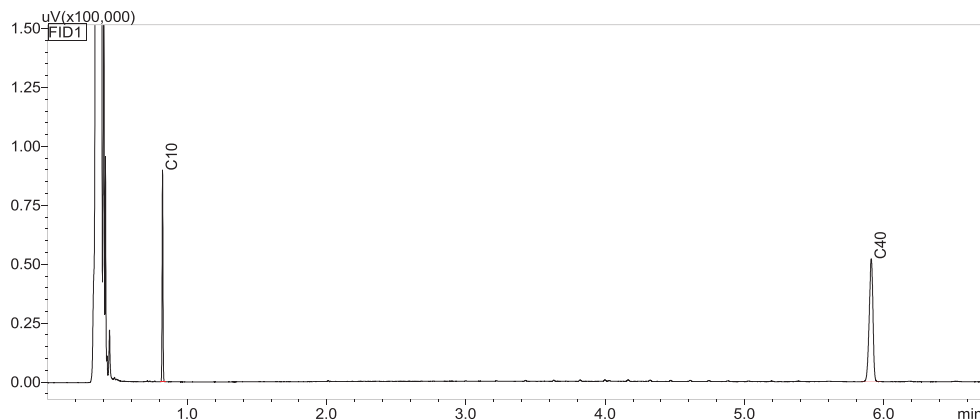


图 2 石油烃定性样色谱图

3.2 石油烃标准溶液色谱图

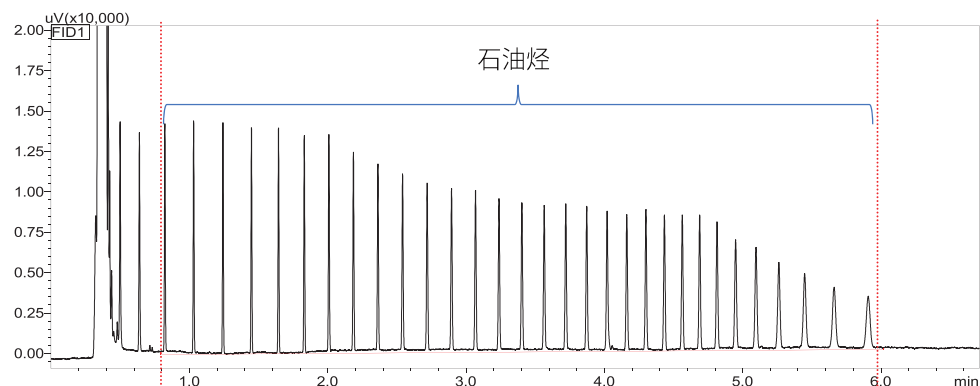


图 3 10.0 mg/L 石油烃标准溶液的色谱图

3.3 标准曲线和检出限

标准溶液配制: 采购 1000 mg/L 正构烷烃 C₇-C₄₀ 标准溶液, 用正己烷作稀释溶剂, 配制系列浓度为 5、10、20、50、100、250、500 mg/L 的标准曲线溶液。以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 外标法制作校准曲线, 如图 4 所示。

以 5 mg/L 浓度点的色谱峰信噪比计算出检出限 (S/N=3), 标准曲线信息及检出限、定量限结果见表 1。

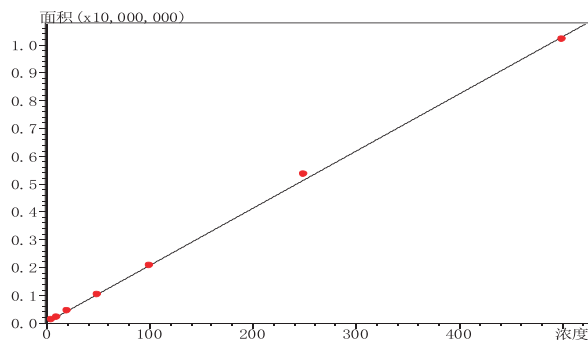


图 4 石油烃校准曲线

表 1 石油烃校准曲线信息及检出限 (mg/L)

组分	线性方程	相关系数 r	检出限
石油烃	$Y=20545.2X+23857.0$	0.9997	0.5

3.4 重复性结果

取 10.0 mg/L 的石油烃标准溶液上机连续重复进样 6 次，计算石油烃的峰面积相对标准偏差 (RSD)，结果见表 2。

表 2 精密度试验结果 (n=6)

化合物	峰面积						RSD%
	1	2	3	4	5	6	
石油烃	223377	222629	209326	219278	216638	214160	2.5

3.5 样品测试及回收率结果

精确称取 10.0 g 土壤样品，按照上述前处理方法处理后上机，测定样品中石油烃浓度为 18.9 mg/L，以此样品为基体进行添加回收率实验。土壤样品谱图如图 5 所示。

在该土壤样品中添加 10 mg/L 石油烃混合标准溶液，平行测定 3 份样品考察回收率和 RSD%，具体结果如下：回收率数据见表 3，石油烃的平均回收率为 87.1%，RSD 为 2.0%，表明该方法回收率高，重复性好。

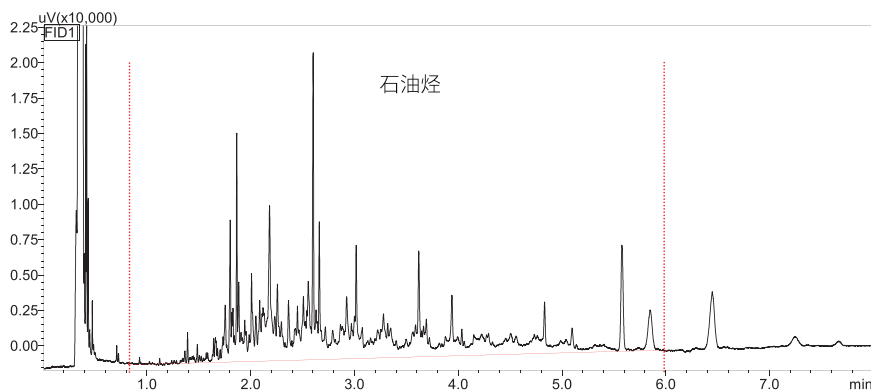


图 5 土壤样品色谱图

表 3 添加回收率和方法重现性结果 (n=3)

组分	加标量 mg/L	测定值 %			平均回收率 %	RSD%
		1	2	3		
石油烃	10.0	85.1	88.4	87.8	87.1	2.0

结论

本实验使用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，通过对色谱条件进行优化，建立了气相色谱快速分析土壤中石油烃 (C₁₀-C₄₀) 的检测方法。该方法在 8 min 内即可完成石油烃的检测，在 5~500 mg/L 范围内线性良好，相关系数大于 0.9997，检出限为 0.5 mg/L，与 HJ 1021-2019《土壤和沉积物 石油烃 (C₁₀-C₄₀) 的测定 气相色谱法》标准相比，运行周期短，分析效率高，操作简便快捷，并且保证了数据分析良好的重复性和准确性，可为高通量样品分析提供参考。

岛津应用云

