

# 吹扫捕集/气相色谱法检测土壤中的 挥发性石油烃（C6-C9）

（北京北分瑞利分析仪器（集团）有限责任公司，北京 100084）

**摘要：**近年来，随着石油产品用量的增加和使用范围的扩大，石油污染日益严重。石油烃已成为我国海域，河流，土壤等环境中最为普遍的污染物之一，直接危害着人类的身体健康。检测环境土壤中的挥发性石油烃含量就显得十分重要。

本文中使用的吹扫捕集/气相色谱法分析样品中的挥发性石油烃。样品中的挥发性石油烃（C6-C9），经氮气吹扫、Tenax 管捕集后，使用氢火焰离子化检测器测定。本方法灵敏度较高，能定性检测石油烃的组分，并且减少了有机试剂的使用。

在本文规定的使用条件下测定样品中挥发性石油烃（C6-C9）的含量，使用其峰面积进行计算。挥发性石油烃（通常指汽油类）是石油加工的产物之一，其主要成分是 C5~C9 烃类，为混合烃类物质之一。是一种无色或淡黄色、易挥发和易燃液体，具有特殊臭味。

挥发性石油烃中含有烷烃、环烷烃和芳香烃等多种有毒物质，其中，易挥发的苯系物为毒性大且疑具有致癌、致畸和致突变潜在性的化学物质，直接危害着人类健康。由于石油烃可在介质中迁移，因此可以从泄漏源向土壤、地下水、和空气迁移。

石油烃直接进入环境，导致对海洋、地表水、地下水和土壤的污染，具体表现为：

（1）石油进入河流、湖泊或地下水后，其含量超过了水体的自净能力，使水质和底质的物理、化学性质或生物群落组成发生变化，从而降低水体的使用价值和使用功能，致使水底质变黑发臭；

（2）石油污染能破坏渔场，沾污鱼网、养殖器材和渔获物，水体污染可直接引起鱼类死亡，当海水中的石油含量为 0.01mg/L 时，在 24h 内即可使鱼、虾、贝类产生异味。人们在食用受石油烃衍生出的致癌物质特别是多环芳烃污染的水产品时，这些致癌物质可通过食物链的传递危及人体的健康和安全；

（3）水体上的石油污染物能影响水生植物的光合作用及其生理生化功能，油膜使大气与水面隔绝，降低了光的通透性，破坏正常的富氧条件，使受污染水域植物的光合作用受到严重影响。

（4）土壤中的石油烃浓度超标会破坏土壤生态系统、降低土壤肥力，从而造成植物生长减缓。

目前，我国涉及到挥发性石油烃（C6-C9）的分析方法标准为行业标准《土壤和沉积物 石油烃（C6-C9）的测定 吹扫捕集/气相色谱法》（HJ 1020-2019）

参照标准《土壤和沉积物 石油烃（C6-C9）的测定 吹扫捕集/气相色谱法》（HJ 1020-2019），采用吹扫捕集/气相色谱法测定样品中挥发性石油烃（C6-C9）的含量。

样品中的目标化合物经高纯氮气吹扫后吸附于捕集管中，将捕集管加热并以高纯氮气反吹，被热脱附出来的组分经气相色谱柱分离后，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，根据保留时间窗定性。

**关键词：**吹扫捕集/气相色谱法;土壤;挥发性石油烃

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器配置

气相色谱仪（SP-3530，配毛细注样器和 FID（氢火焰离子化检测器））

吹扫捕集（BFRL-APT30S）

### 1.2 试剂耗材

标准溶液：常规无铅汽油（C<sub>6</sub>-C<sub>9</sub>）、挥发性石油烃混合物（2-甲基戊烷、癸烷）浓度为 5000μg/mL，溶剂为甲醇（标准物质中心）；去离子水（自制）

## 2 测试方法

### 2.1 测试条件

#### 2.1.1 气相色谱仪测试条件

载气：氮气（99.999%），流量 8mL/min；柱箱升温程序：初始温度 38℃（保持 1min），以每分钟 3.8℃的速率升至 80℃保持 1min，以每分钟 10℃的速率升至 105℃保持 5min，再以每分钟 10℃的速率升至 150℃保持 1min，最后以每分钟 10℃的速率升至 180℃保持 5min；进样口温度 200℃；进样方式：不分流模式；检测器设置：温度 250℃；氢气：30ml/min；空气：300ml/min。

#### 2.1.2 吹扫捕集测试条件

吹扫温度：45℃；吹扫气体：氮气（99.999%）；吹扫时间：8min、吹扫流量：30mL/min；干燥时间：1min；脱附时间：1min；捕集管解析温度：190℃；

### 2.2 测试过程

#### 2.2.1 保留时间窗标样配制

用移液枪移取 4μL 2-甲基戊烷和癸烷的混合标准溶液，加入到事先装有 25mL 实验用水的样品瓶中，拧紧瓶盖，摇匀。

将上述配制的标准溶液到吹扫管，按照仪器参考条件进行保留时间窗的确定。根据 2-甲基戊烷的出峰时间确定挥发性石油烃(C<sub>6</sub>-C<sub>9</sub>)的出峰开始时间，癸烷的出峰开始时间确定为挥发性石油烃(C<sub>6</sub>-C<sub>9</sub>)的结束时间。

### 2.2.2 标准曲线的制备

用移液枪分别移取适量的常规无铅汽油标准使用液快速加入到对应装有 5mL 去离子水的样品瓶中，拧紧瓶盖，摇匀。配制的浓度系列为 0.00 $\mu$ g、0.50 $\mu$ g、1.00 $\mu$ g、5 $\mu$ g、10.00 $\mu$ g、20.00 $\mu$ g、50.00 $\mu$ g。按照仪器参考条件，从低浓度到高浓度依次测定。以浓度为横坐标，以确定的保留时间窗以内所有色谱峰的峰面积和为纵坐标，建立工作曲线。

## 3 测试结果

### 3.1 测试谱图

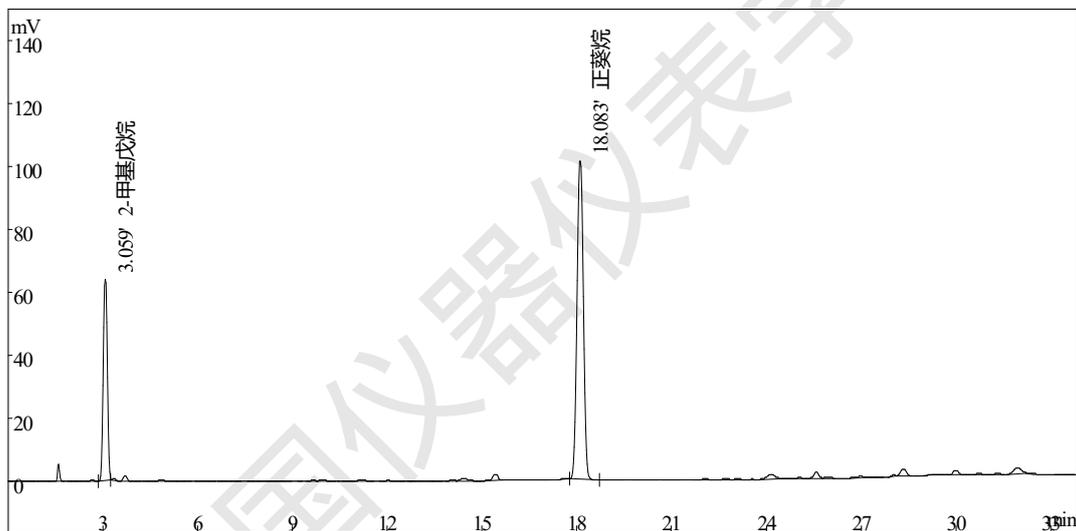


图 1 保留时间窗谱图

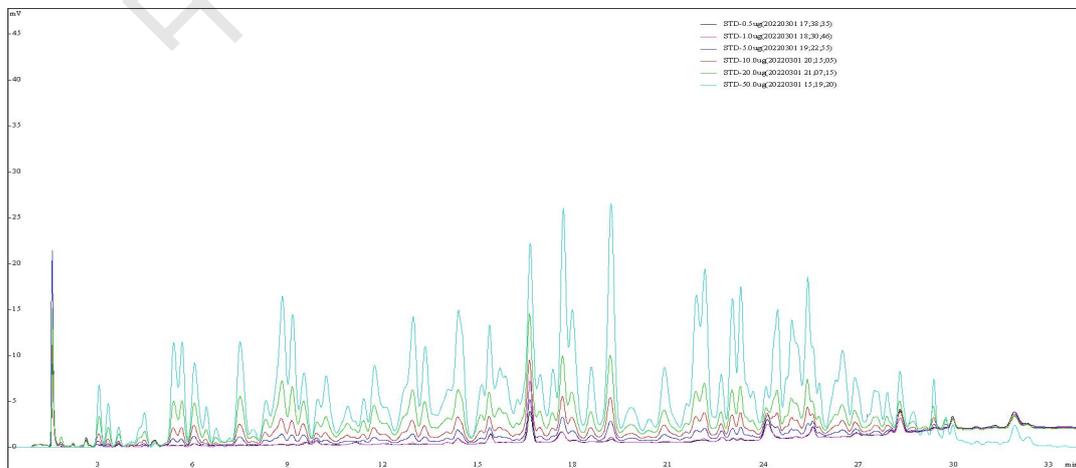


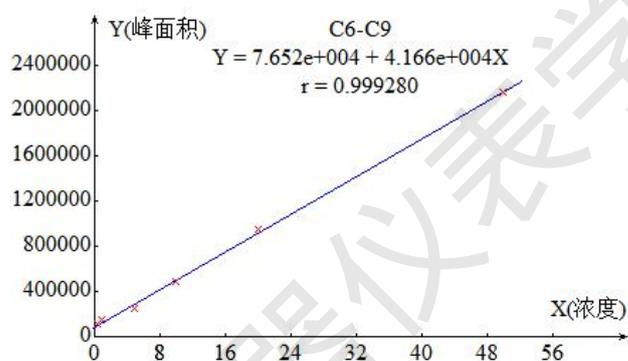
图 2 挥发性石油烃 (C<sub>6</sub>-C<sub>9</sub>) 谱图

表格 1 组分名称及保留时间

序号	中文名称	保留时间 (min)
1	2-甲基戊烷	3.059
2	癸烷	18.083

表格 2 曲线数据

序号	组分	浓度 $\mu\text{g}$						相关系数
		峰面积	0.5	1	5	10	20	
1	C6-C9	105363	146602	238401	478209	943290	2151132	0.999280



#### 4 结论

本文建立了吹扫捕集-气相色谱分析土壤和沉积物石油烃的方法。满足对于《土壤和沉积物 石油烃（C6-C9）的测定 吹扫捕集/气相色谱法》（HJ 1020-2019）标准的检测。