

# 土壤中石油类检测前处理方法的改进

沈跃文,高翔,田甜

(淮安市环境监测中心站,江苏 淮安 223001)

**摘要:**以四氯化碳为萃取剂,选择振荡提取和浸泡提取两种前处理方法,采用红外光度法测定土壤中石油类。考察了两种提取方法对土壤样品测定结果的影响,推荐振荡提取时间为9 h,振荡频率为150次/min;推荐浸泡提取时间为16 h。

**关键词:**石油类;前处理;红外光度法;土壤

中图分类号:O652.62;O657.33

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2011)05-0065-03

## Improved Method for Petroleum Determination in Soil

SHEN Yue-wen, GAO Xiang, TIAN Tian

(Huai'an Environment Monitoring Centre, Huai'an, Jiangsu 223001, China)

**Abstract:** Petroleum hydrocarbon in soil was determined by infrared spectrophotometry using carbon tetrachloride as extracting solution with oscillation extraction and soak extraction. Test results of soil samples by oscillation extraction and soak extraction were compared to recommend oscillation extraction time for 9 h, oscillation frequency for 150 times/min, extracting time for 16 h.

**Key words:** Petroleum; Pretreatment; Infrared spectrophotometry; Soils

《水质 石油类和动植物油的测定 红外光度法》(GB/T 16488-1996)<sup>[1]</sup>为测定水中石油类的国标方法,而《土壤环境质量标准》(GB 15618-95)中则未列出石油类项目。国外非常重视对油污土壤的研究,美国环境保护局(USEPA)针对土壤中的石油类有机污染物建立了6种定性定量分析方法;Marc等利用二氯甲烷抽提与重量法对油污土壤定量分析;Richter等采用快速溶剂抽提(ASE)、固相微萃取(SPME)和超临界流体萃取(SFE)技术,以不同的有机溶剂为萃取介质,对土壤及沉积物中的石油类有机污染物开展研究<sup>[2]</sup>。目前,国内土壤中石油类的检测仅在《环境监测分析方法》<sup>[3]</sup>中有一试行方法,实验室大多采用化学分析与仪器分析相结合的方法定量分析。在全国土壤污染状况专项调查中,石油类的检测引用EPA 9071A-1992方法,其前处理采用氯仿提取,提取物用热乙醇-氢氧化钾混合溶液皂化处理,非皂化物用石油醚萃取,萃取液在通风橱内于40℃~42℃水浴中通氮气或通风浓缩至干,在烘箱内于65℃~70℃烘0.5 h,冷却后用四氯化碳溶解,

再经硅胶柱净化后测定,操作繁琐,重现性较差。今以四氯化碳为萃取剂,选择振荡和浸泡两种方法提取土壤中的石油类,采用红外光度法测定,通过大量试验,确定了合适的振荡和浸泡时间,简化了前处理操作步骤。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

F 2000型红外光度测油仪、CQ-1000型自动液液萃取装置,吉林市科技开发实业公司。

1 000 mg/L标准油(435909),环境保护部标准样品研究所;四氯化碳(特规,环保专用),南京化学试剂有限公司;无水硫酸钠(分析纯)、硅胶(化学纯)、吸附柱、氯化钠(分析纯)、盐酸(优级纯),国药集团化学试剂有限公司。

#### 1.2 土壤样品制作

条件试验采用土壤样品。制作土壤样品的目

收稿日期:2011-03-27;修订日期:2011-08-02

作者简介:沈跃文(1965—),男,江苏淮安人,高级工程师,本科,主要从事环境监测管理工作。

的在于提供一个样品平台,尽量在同一条件下制作均匀一致的同类样品,在此基础上开展加标回收等研究,使试验结果更具可比性和科学性。

土壤样品制作方法:①称取土样约2 kg,去除枝叶、树根、瓦砾等杂物,自然风干;②将土样磨细,过60目筛后称取600 g,置于1 000 mL磨口瓶中备用;③取10瓶500 mL装四氯化碳,混匀后作纯度检查,打开F 2000型红外光度测油仪,进入扫描程序,输入扫描波数起点值 $2\ 800\text{ cm}^{-1}$ 和终点值 $3\ 100\text{ cm}^{-1}$ ,以1 cm空气池为参比,测得四氯化碳空白吸光值在0.016~0.018之间,符合要求( $<0.03$ );④将检查合格的500 mL四氯化碳倒入1 000 mL磨口瓶中,与土样混匀,经58℃水浴1 h后,在自动液液萃取装置上以150次/min的频率

振荡15 h;⑤将充分振荡混匀的土样倒入瓷盘中,置于通风橱内风干;⑥风干后的土样过100目筛后,盛入磨口瓶中备用。

## 2 结果与讨论

### 2.1 土壤样品测定结果

土壤样品测定步骤如下:①分别称取8份土样各10 g,置于具塞磨口锥形瓶中,加入25 mL四氯化碳,经58℃水浴1 h后,在自动液液萃取装置上以150次/min的频率振荡15 h,取下锥形瓶,加入25 mL四氯化碳,混匀;②将萃取液经铺有适量无水硫酸钠的滤纸,分别过滤入8只比色管中;③用5 cm石英比色皿,按GB/T 16488—1996方法测定滤液<sup>[4-10]</sup>,结果见表1。

表1 土壤样品测定结果  
Table 1 Test result of soil samples

样品	1	2	3	4	5	6	7	8
滤液质量浓度 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	12.6	9.80	12.0	9.70	11.0	9.70	11.2	12.4
土样质量比 $w/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	63.0	49.0	60.0	48.5	55.0	48.5	56.0	62.0
平均质量比 $w/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	55.2							
相对偏差/%	14.1	-11.2	8.7	-12.1	-0.4	-12.1	1.4	12.3

### 2.2 振荡提取试验结果

试验了不同振荡时间对测定结果的影响,步骤如下:①取油标准物质10 g,稀释至1 000 mg/L;②分别称取5组9份土样各10 g,置于锥形瓶中,每组土样包括3份本底样和6份加标样(加入1 mL 1 000 mg/L油标准溶液);③在本底样和加标样中

各加入25 mL四氯化碳,经58℃水浴1 h后,在自动液液萃取装置上以150次/min的频率,分别振荡2 h、4 h、6 h、8 h、10 h,取下锥形瓶,加入25 mL四氯化碳,混匀;④其余测定方法同土壤样品,结果见表2。

表2 不同振荡时间对测定结果的影响  
Table 2 Influence of different oscillation time on test results

振荡时间 $t/\text{h}$	本底样均值 $w/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	相对偏差/%	加标样均值 $w/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	相对偏差/%	加标回收率/%
2	14.3	-16.1~25.9	80.4	-16.7~25.0	42.7~71.2
4	65.7	-44.4~37.0	114	-38.3~55.8	4.80~112
6	53.3	-31.5~24.8	114	-38.6~82.5	16.7~155
8	54.7	-10.4~9.7	142	-25.4~13.4	51.8~106
10	54.8	-15.1~13.1	155	-3.9~3.2	94.2~108

### 2.3 浸泡提取试验结果

试验了不同浸泡时间对测定结果的影响,步骤如下:①取油标准物质10 g,稀释至1 000 mg/L;②分别称取5组9份土样各10 g,置于锥形瓶中,每组土样包括3份本底样和6份加标样(加入1 mL

1 000 mg/L油标准溶液);③在本底样和加标样中各加入25 mL四氯化碳,加盖后分别浸泡2 h、6 h、10 h、14 h、18 h,取下锥形瓶,加入25 mL四氯化碳,混匀;④其余测定方法同土壤样品,结果见表3。

表 3 不同浸泡时间对测定结果的影响

Table 3 Influence of different soaking time on test results

浸泡时间 $t/h$	本底样均值 $w/(mg \cdot kg^{-1})$	相对偏差 /%	加标样均值 $w/(mg \cdot kg^{-1})$	相对偏差 /%	加标回收率 /%
2	23.0	-32.6 ~ 23.9	109	-36.2 ~ 33.9	46.5 ~ 124
6	54.8	-13.3 ~ 13.1	130	-40.4 ~ 68.5	22.7 ~ 164
10	39.5	-3.3 ~ 2.8	126	-26.2 ~ 15.9	53.5 ~ 107
14	61.0	-7.4 ~ 4.1	151	-4.6 ~ 4.6	83.5 ~ 96.5
18	66.2	-5.6 ~ 3.5	157	-0.4 ~ 2.1	92.8 ~ 98.8

## 2.4 结果分析

由表 2 可见,与土壤样品测定结果相比,振荡提取 2 h ~ 6 h,本底样和加标样测定值的相对偏差较大,加标回收率不均衡;振荡提取 8 h ~ 10 h,本底样和加标样测定值的相对偏差较小,加标回收率较为稳定。

由表 3 可见,与土壤样品测定结果相比,浸泡提取 2 h ~ 10 h,本底样和加标样测定值的相对偏差较大,加标回收率不均衡;浸泡提取 14 h ~ 18 h,本底样和加标样测定值的相对偏差较小,加标回收率较为稳定。

## 3 结语

采用红外光度法,以四氯化碳为萃取剂,试验了振荡提取和浸泡提取两种前处理方法对土壤中石油类测定结果的影响,推荐振荡提取时间为 9 h,浸泡提取时间为 16 h。

### [参考文献]

[1] 国家环境保护局,国家技术监督局. GB/T 16488-1996 水质 石油类和动植物的测定 红外光度法[S]. 北京:中

国标准出版社,1996.

- [2] 刘晓艳,毛国成,戴春雷,等. 土壤中石油类有机污染物检测方法研究进展[J]. 中国环境监测 2006,22(2):75-80.
- [3] 城乡建设环境保护部环境保护局《环境监测分析方法》编写组. 环境监测分析方法[M]. 3 版. 北京:中国环境科学出版社,1986.
- [4] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 4 版. 北京:中国环境科学出版社,2002.
- [5] 李钟玮,肖荣欣,张建华. 两种萃取方法测定土壤中石油类的对比实验[J]. 黑龙江环境通报 2006(4):58-59.
- [6] 唐松林,王燕. 红外分光光度法测定水中石油类和动植物油[J]. 环境监测管理与技术 2000,12(2):32.
- [7] 潘洁,谢尉法. 测定地表水中石油类的空白用水制备[J]. 环境监测管理与技术 2003,15(3):32.
- [8] 俞元春,陈静,朱剑禾. 红外光度法测定土壤中总萃取物、石油类、动植物油及其准确度之方法研究[J]. 中国环境监测,2003,19(6):6-8.
- [9] 欧阳俊,任建华. 红外分光法用于测油的探讨[J]. 环境监测管理与技术 2000,12(3):42-43.
- [10] 吕纾. 红外分光光度法测石油类、动植物油前处理的改进[J]. 环境监测管理与技术 2004,16(5):39.

本栏目责任编辑 姚朝英

## • 征订启事 •

### 欢迎订阅 2012 年《四川环境》

中国科技核心期刊 邮发代号 62-75

《四川环境》杂志(国内统一刊号:CN51-1154/X,国际标准刊号:ISSN1001-3644)是由四川省环境保护局主管,四川省环境保护科学研究院、四川省环境科学学会联合主办的一种综合性、科技性学术类期刊。设有试验研究、生态环境、环境监测、治理技术、环境科研、环境工程、环境医学、环境经济、综述、环境法规、环境评价、环境规划、环境教育、环境管理、环境对策、环境咨询、环境论坛、人口资源与环境、综合利用、污染与防治、调查报告、考察报告、问题探讨、知识介绍、动态简讯等栏目。

本刊为双月刊,大 16 开国际标准版,128 页,每逢双月 26 日出版。国内订价(含邮费)15 元/期,全年 6 期订价 90 元。邮发代号:62-75,全国各地邮局均可订阅。如漏订,欢迎直接与本刊联系,通过邮局汇款订购,随时办理。本刊还承接彩色或单色广告业务,刊出技术成果及信息服务项目,需者与本刊编辑部联系。

地址:四川省成都市人民南路四 18 号

邮编:610041

电话:(028)85511646

传真:(028)85511646

E-mail:schj@scemc.cn

户名:四川省环境保护科学研究院

开户行:成都市工商银行跳伞塔支行

账号:4402248009008901014