

测定水质或土壤中的石油烃物质 分析报告

一、执行标准

《HJ 894-2017 水质 可萃取性石油烃（C10-C40）的测定 气相色谱法》、《土壤中石油烃（C10-C40）含量测定 气相色谱法》（ISO 16703:2011）

二、方法概述

在总浓度为 31.0-3100 mg/L 范围内 C10-C40 正构烷烃总峰面积（扣除柱流失）标准曲线线性关系良好，相关系数 r 为 0.9996；用总浓度为 310 mg/L 的标准溶液重复进样 6 针，总峰面积（扣除柱流失）重复性 RSD 为 6.11%。

三、试剂及标准品

3.1 试剂

3.1.1 二氯甲烷，色谱纯。

3.1.2 正己烷，色谱纯。

3.1.3 无水硫酸钠：

在 500℃ 下灼烧 4h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

3.1.4 硅镁吸附剂：

层析用，250 μm -150 μm （60 目-100 目），于 500 °C 下灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

3.1.5 浓盐酸。

3.1.5 盐酸溶液（1+1）：

量取 50 mL（3.1.5）浓盐酸缓慢倒入 50 mL 蒸馏水中。

3.1.6 二氯甲烷-正己烷溶液：1+4。

3.2 标准品

3.2.1 C10-C40 正构烷烃标准溶液：各正构烷烃的质量浓度均为 1000 mg/L，溶剂为正己烷。

可直接购买有证标准溶液。亦可选择柴油/润滑油有证标准溶液。

四、使用仪器设备

4.1 GC9790Plus 气相色谱仪，配有氢火焰检测器（FID）。



4.2 FL1090B 自动进样器。

4.3 RBX-5HT/30 m*0.25 mm*0.25 μ m 毛细管柱。

4.4 浓缩装置：旋转蒸发装置、K-D 浓缩器或氮吹仪等浓缩装置。

4.5 硅镁型净化柱：60 mm(柱长)*15 mm（内径）的玻璃或聚乙烯柱，底部带粗孔玻璃以填实吸附剂。也可选用相同类型填料的商用净化柱。

4.6 分液漏斗：2 L 具聚四氟乙烯旋塞。

4.7 微量注射器：20 μ L、100 μ L、200 μ L、1000 μ L。

4.8 其它实验室常用仪器设备。

五、测定

5.2 试样制备

详见《HJ 894-2017 水质 可萃取性石油烃（C10-C40）的测定 气相色谱法》

5.3 校准曲线

取 5 个 10 mL 棕色容量瓶，分别加入适量的正己烷（3.1.2），用微量注射器分别加入 10.0、50.0、100、500、1000 μ L C10-C40 正构烷烃标准溶液（3.2.1），用正己烷定容，混匀。配制成各正构烷烃质量浓度分别为 1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L，即 C10-C40 总质量浓度分别为 31.0 mg/L、155 mg/L、310 mg/L、1550 mg/L、3100 mg/L 的标准系列。以标准系列总质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的总色谱峰峰面积为纵坐标，建立校准曲线，典型色谱图，见图 1。

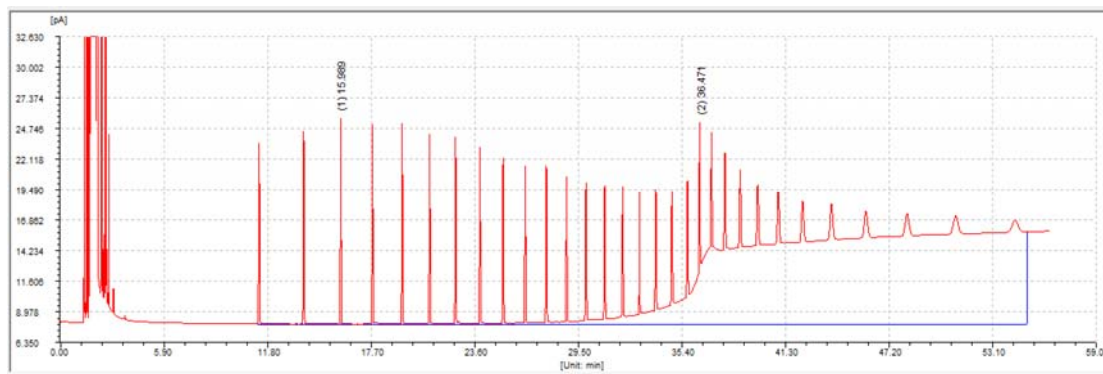


图 1 C10-C40 正构烷烃典型色谱图（310 mg/L）

5.4 重复性实验

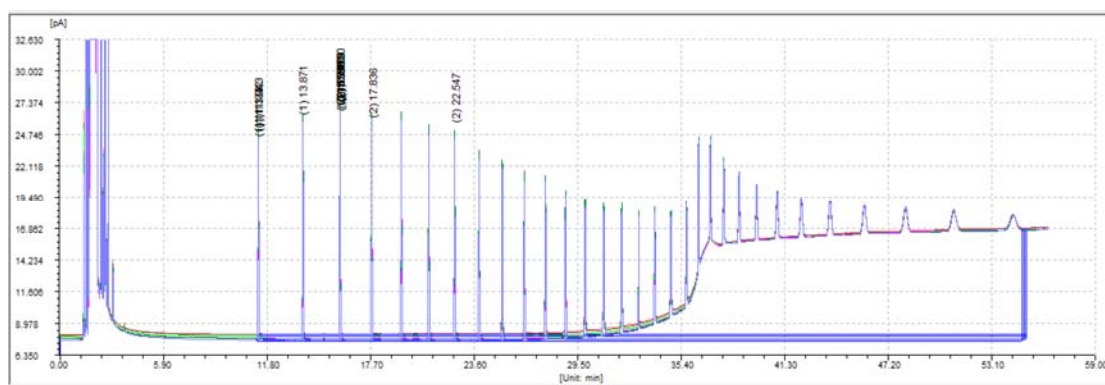
联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：许玉明

邮编：317500

审核：刘健



序号	总峰面积/fA*s	扣柱流失后峰面积/fA*s	峰面积平均值/fA*s	峰面积 RSD(%)
1	11312785	2507952	2583759	6.11
2	11178049	2373216		
3	11261390	2456557		
4	11546163	2741330		
5	11534607	2729774		
6	11498555	2693722		

图 C10-C40 正构烷烃（310 mg/L）总峰面积（扣柱流失）重复性及结果

5.5 校正曲线及相关系数

联系电话： 0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：许玉明

邮编： 317500

审核：刘健

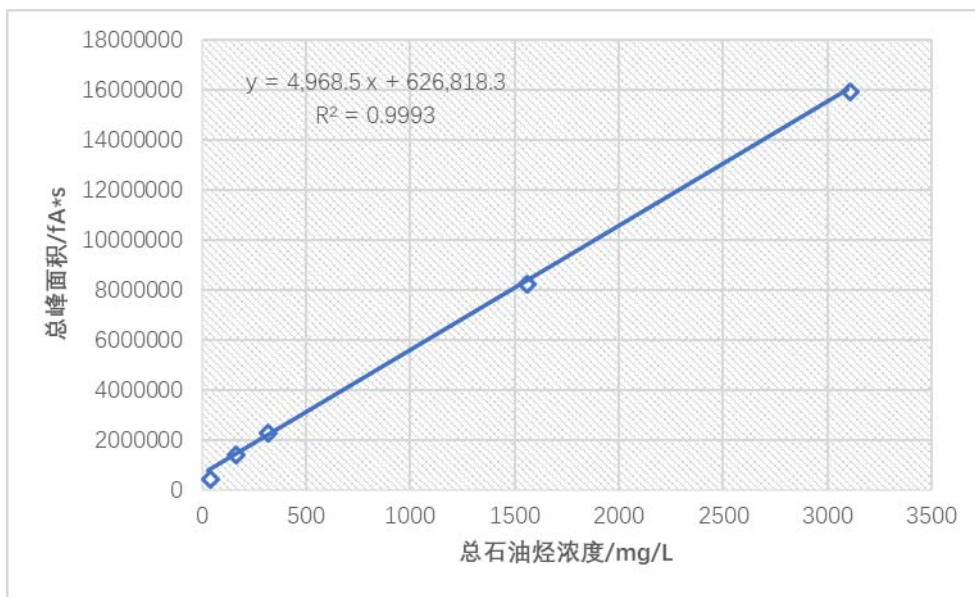


图3 总石油烃（C10-C40）标准曲线

浓度（mg/L）	0	31	155	310	1550	3100
峰面积(fA*s)	0	515284	1492364	2373216	8301500	16019855

说明：此处峰面积为扣除柱流失后的总峰面积

5.6 柱流失谱图

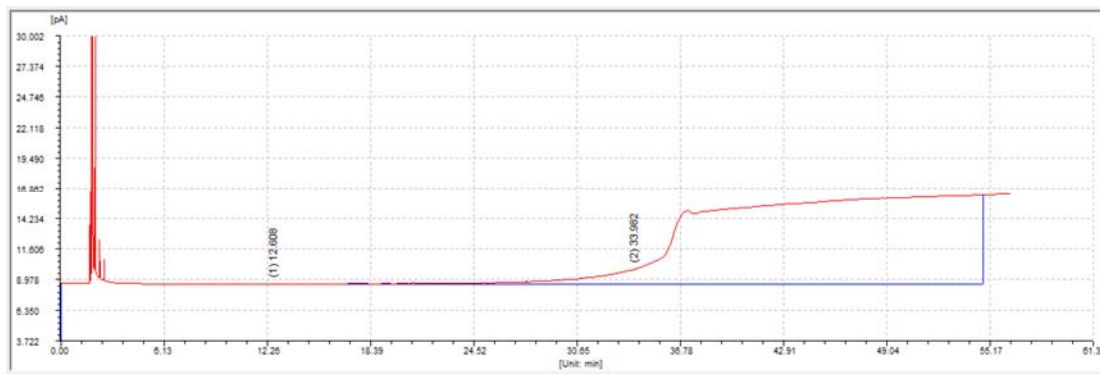


图5 柱流失色谱图

八、色谱配置及主要试剂耗材清单

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：许玉明

邮编：317500

审核：刘健



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

	分析项目	微量分析	
主机配置	GC9790 Plus	控温范围：室温加 6℃~399℃℃，(以 0.1℃增量任设)	
		程序升温速率：0.1~40℃/min	
		程序升温 11 阶	
		快速降温：200~100℃≤3 分钟	
		温度稳定性：±0.1℃	
		氢火焰检测器（FID）	最高使用温度：400℃ 温控精度：±0.1℃
			最小检测限：≤5×10 ⁻¹² g/ml（正十六烷）；
		毛细进样系统	分流/不分流模式
		压力、流量传感器	压力控制范围：0-620Kpa 流量控制范围：0-200ml/min（氮气作载气）
辅助进样系统	FL1090B 自动进样器		1 套
色谱柱	毛细色谱柱	5% 苯基 95% 二甲基聚硅氧烷固定液（30m×0.32mm×0.50μm）	1 根
色谱工作站	反控工作站	FL9720 色谱工作站	1 套
气源	载气	高纯钢瓶氮气+减压阀（钢瓶气用户自备）	1 套
	辅助气	高纯钢瓶氢气+减压阀或氢气发生器（钢瓶气用户自备）	1 套
		空气发生器	1 套
净化器	气体净化器	GPI-2 气体净化器，用于净化气体	1 套
其他	电脑、打印机	电脑带 232 串口端口、网线端口，操作系统详见安装环境说明	1 套
	稳压电源	电压：220V±22V（不满足条件的用户必配），功率 ≥2500W	1 台
易耗品	备件包	免费提供安装调试所有备件、半年期易耗品	1 套
试剂与材料	C10-C40 正构烷烃标准溶液	各正构烷烃的质量浓度均为 1000mg/L，溶剂为正己烷。可直接购买有证标准溶液。亦可选择柴油/润滑油有证标准溶液。	1 套
	二氯甲烷	色谱纯	1 套
	正己烷	色谱纯	1 套
	无水硫酸钠	分析纯	1 套
	浓盐酸	分析纯	1 套
	硅镁吸附剂	250um-150um（60 目-100 目）	1 套

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：许玉明

邮编：317500

审核：刘健



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

	微量注射器	20uL、100uL、200uL、1000uL	1 套
	分液漏斗	2L 具聚四氟乙烯旋塞	
	天平	精度为 0.1g	1 套
	旋转蒸发装置	或 K-D 浓缩器、氮吹仪等浓缩装置	1 套
	硅镁型净化柱	60mm(柱长)*15mm（内径）的玻璃或聚乙烯柱，底部带粗孔玻璃以填实吸附剂。也可选用相同类型填料的商用净化柱。	1 套
	其它实验室常用仪器设备		1 套

成都应用中心: 许玉明

2018.06.26

联系电话: 0576-89965381

地址: 浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员: 许玉明

邮编: 317500

审核: 刘健