

Определение содержания нефтяных углеводородов в почве



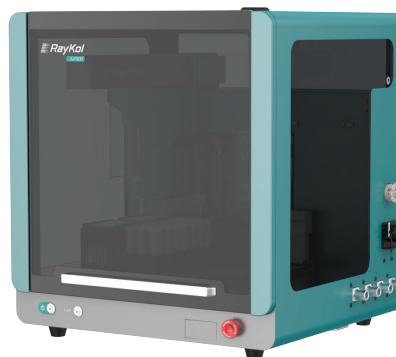
Нефть представляет собой сложную смесь органических соединений, главным образом углеводородов (нормальные алканы, алканы с прямой цепью, ароматические соединения, алициклические углеводороды) и небольшое количество других органических соединений (сульфиды, соединения азота, нафтенновые кислоты и др.). Смеси нефтяных углеводородов могут мигрировать в почву, подземные воды и воздух, причиняя вред водным организмам и населению, а также ухудшать качество воды и почвы. В документ «GB 36600-2018 Качество почвы и окружающей среды - Стандарты управления и контроля загрязнения почвы под застройку (испытательная версия)» также были добавлены показатели содержания нефтяных углеводородов (C10 ~ C40). Поэтому, ссылаясь на «НД 1021-2019 Определение нефтяных углеводородов (C10~C40) в почве и отложениях с помощью газовой хроматографии», в данной статье описан метод извлечения нефтяных углеводородов (C10~C40) из почвы с использованием жидкостного экстрактора под давлением (HPFE). Автоматическая твердофазная экстракция (Fotector Plus) для дальнейшей очистки в сочетании с методом обнаружения методом газовой хроматографии.

Оборудование	Raykol AP 300 Полностью автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб
	Raykol Fotector Plus – высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции
	Высокопроизводительный экстрактор жидкости под давлением серии HPFE от RayKol
	Высокопроизводительный вакуумный параллельный концентратор серии MPE от RayKol
	Газовый хроматограф, детектор пламенно-ионизационный
Расходные материалы	Колонка для твердофазной экстракции: Florisil (RayCure Florisil, 1 г/6 мл, кат. № RC-204-16945)
	Безводный сульфат натрия и диатомит (обжечь в муфельной печи при 400°C в течение 4 часов, после охлаждения хранить в эксикаторе)
Реактивы	н-гексан (хроматографически чистый), стандартный маточный раствор нефтяных углеводородов (C10~C40), смешанный стандартный рабочий раствор соединений нефтяных углеводородов (C10~C40)

Предварительная обработка образца

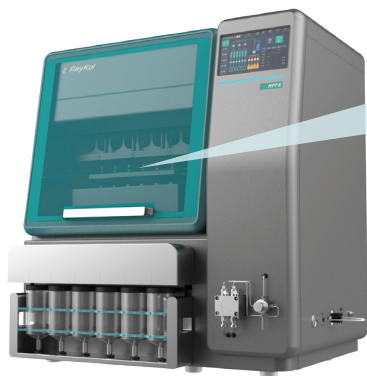
Приготовление стандартного раствора

Рабочая станция для обработки жидких проб AP 300 может быть использована для автоматического приготовления смешанных стандартных рабочих растворов нефтяных углеводородов (C10~C40). Из исходного стандартного раствора нефтяных углеводородов (C10~C40) (31000 мкг/мл) с помощью модуля подготовки органических жидкостей рабочей станции, были приготовлены рабочие стандартные растворы с концентрациями 0 мкг/л, 310 мкг/л, 620 мкг/л, 1240 мкг/л, 1860 мкг/л, 2480 мкг/л в н-гексане L.

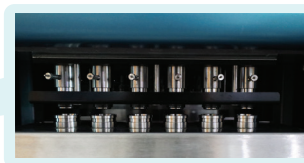


Автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб AP 300

Экстракция



Высокопроизводительный жидкостный экстрактор под давлением серии HPFE



- Взвесьте 10 г свежего образца почвы, добавьте соответствующее количество диатомовой земли, равномерно перемешайте, разотрите до состояния текучего песка, поместите образец в экстракционную ячейку объемом 34 мл.
 - Поместите экстракционную ячейку с образцом в HPFE
- Растворитель для экстракции - смесь н-гексан-ацетон (объемное соотношение 1:1), давление в системе 10 МПа, температура экстракции 100°C, температура предварительного нагрева 100°C, статическое время экстракции 5 мин, время продувки - 1 мин, а объем промывки - объем 60% экстракционной ячейки, время промывки - 20 с.
- Проведите экстракцию дважды, соберите экстракт, удалите воду безводным сульфатом натрия.

Концентрирование

- Поместите пробирку для сбора в автоматический вакуумный параллельный концентратор МРЕ, температура водяной бани - 35 °С, частота колебаний - 200 об / мин, когда объем экстракта уменьшится примерно до 1 ~ 2 мл, можно проводить следующий этап очистки.



Высокопроизводительный вакуумный параллельный концентратор серии МРЕ

Очистка ТФЭ

- очистка** Очистите иглу для образца и канал для образца раствором н-гексана. Для экстракции и очистки использовалась колонка Florisil (1г/6мл).
- активация** Колонка сначала промывалась 10 мл смеси гексана и дихлорметана (1:1 v/v) и затем активировали гексаном.
- загрузка образца** Загрузите образец со скоростью потока 1 мл/мин и соберите раствор
- Очистка** Промойте флакон н-гексаном и соберите раствор
- Элюирование** Элюируйте образец с картриджа ТФЭ раствором н-гексана со скоростью 1 мл/мин, элюат соберите.
- Концентрирование** Собранный раствор концентрируют до 0,5 мл с помощью МРЕ, доводят его до 1 мл с помощью н-гексана и пропускают через мембранный фильтр 0,22 мкм. Далее проводят определение с помощью газовой хроматографии

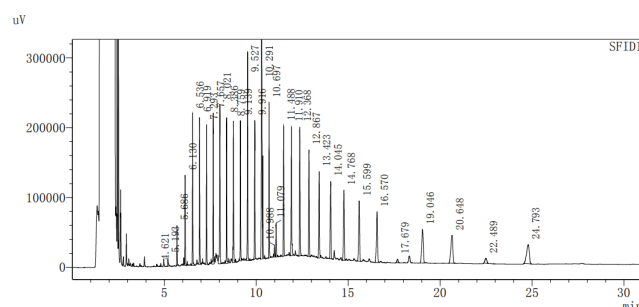


Высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции Fotector Plus

Параметры газового хроматографа

Колонка	30м×0.25мм×0.25мм
Темп. инжектора	300 °С
Объем инъекции	1.0 мкл
Температурная программа	50 °С в течение 2 мин., нагрев до 230°С при 40°С/мин, подъем до 320°С при 20°С/мин и выдержка 20 мин.
FID Темп. детектора	325 °С

Хроматограмма



Результаты и обсуждение

Добавьте 10 мкл, 30 мкл и 60 мкл концентрированного раствора стандарта нефтяных углеводородов (C10~C40) с концентрацией 31 000 мг/л в пустой образец почвы для проверки степени извлечения. Средние показатели степени извлечения для трех градиентов концентрации после экстракции HPFE, очистки Fotector Plus и концентрирования МРЕ, показаны в таблице 1:

Таблица 1 Средние показатели извлечения нефтяных углеводородных соединений (C10~C40) и относительное стандартное отклонение

Наименование	310mg/L (n=4)		930mg/L (n=4)		1860mg/L (n=4)	
	Средн. (%)	RSD (%)	Средн. (%)	RSD (%)	Средн. (%)	RSD (%)
нефтяные углеводороды (C10~C40)	83.45	3.58	87.65	6.14	95.27	4.67

Итог

Высокопроизводительный жидкостный экстрактор при повышенном давлении серии HPFE может обеспечить одновременную обработку до 96 образцов в день с высокой пропускной способностью по 6 каналам, что действительно помогает при серийном тестировании.

Автоматизированная система твердофазной экстракции Fotector Plus может автоматически проводить весь процесс твердофазной экстракции, от активации колонки и загрузки образца до элюирования, что значительно снижает нагрузку на лабораторный персонал; и исключает возникновение ошибок, связанных с ручной обработкой, демонстрируя хорошую повторяемость. Используя систему жидкостной экстракции под давлением от Raykol серии HPFE, автоматический твердофазный экстрактор Fotector Plus и систему вакуумного параллельного концентрирования МРЕ, можно получить степень извлечения 83,45–95,27 % при RSD 3,58–6,14 %.