



# 气相色谱 - 质谱联用技术在土壤污染检测中的应用简析

邹德靓<sup>1</sup> 陆佳锋<sup>2</sup> 冯利<sup>2</sup> 李沐霏<sup>1</sup> 张玥<sup>1</sup>

1 浙江环境监测工程有限公司 杭州 310012

2 浙江省生态环境监测中心 杭州 310012

**摘 要:** 随着工业化进程的不断加速, 土壤污染问题愈发严峻, 对生态环境和人类健康构成了严重威胁。气相色谱 - 质谱联用 (GC-MS) 技术依靠分离效能高、灵敏度高和定性准确的优势, 成为土壤污染检测领域的重要手段。本文系统阐述了 GC-MS 系列技术的原理与特点, 重点分析了 GC-MS 在土壤典型有机污染物检测中的应用, 旨在为土壤污染防治提供技术参考。

**关键词:** 气相色谱; 质谱; 土壤污染检测; 有机污染物

中图分类号: X833 文章编号: 1671-9212(2025)06-0111-03

文献标识码: A DOI: 10.19451/j.cnki.issn1671-9212.2025.06.015

土壤是生态系统的重要组成部分, 是人类生存与发展所依赖的物质基础。然而, 近年来随着工业生产、农业活动以及城市化进程的持续推进, 大量有机污染物通过工业废水排放、农药化肥施用、固体废物填埋渗漏等途径进入土壤环境, 导致土壤污染问题日益突出。土壤中的有机污染物具有隐蔽性强、残留时间长、毒性大等特点, 不仅会破坏土壤的理化性质和生态功能, 影响农作物的生长和品质, 还会通过食物链富集作用于人体, 对人类健康造成危害。因此, 实现对土壤中有机污染物快速且准确地检测, 对评估土壤污染状况、追溯污染源头及制定污染治理方案具有重要的现实意义。

气相色谱 - 质谱联用 (GC-MS) 技术是将气相色谱 (GC) 的高效分离效能与质谱 (MS) 的高灵敏度、高特异性检测能力相结合的分析技术。该技术能够有效分离和鉴定土壤中的多种有机污染物, 具有检测范围广、定性准确、灵敏度高、重复性好等优点, 已成为土壤有机污染物检测的核心技术之一。本文围绕 GC-MS 技术在土壤污染检测中的应用展开讨论, 以期对相关研究和实践提供借鉴。

## 1 GC-MS 技术的基本原理与特点

### 1.1 基本原理

GC-MS 系统主要由 GC 系统、MS 系统及数据处理系统构成。其基本工作原理为: 经预处理后的样品进入 GC 系统, 其中的各组分在色谱柱中得到分离, 随后依次进入 MS 系统, 在离子源作用下, 组分被电离成带电离子, 这些离子经质量分析器按质荷比 ( $m/z$ ) 进行分离, 最终由检测器转化为电信号并生成质谱图。通过与标准谱库中的参考谱图进行比对, 可实现有机污染物的定性分析与定量分析。

### 1.2 主要技术特点

#### 1.2.1 分离效能高

GC 系统通常配备高效的毛细管色谱柱, 能对复杂混合物中的多种有机污染物实现有效分离, 即使对结构相似、性质相近的有机污染物 (如不同种类的有机氯农药或多环芳烃同分异构体等), 也可通过优化 GC 条件 (如柱温程序、载气流量、进样方式等) 获得良好的分离效果, 为后续 MS 检测奠定基础。

#### 1.2.2 灵敏度高

MS 技术具备极高的检测灵敏度, 能够准确测

[收稿日期] 2025-11-24

[作者简介] 邹德靓, 女, 1993 年生, 工程师, 主要研究方向环境监测, E-mail: 506326424@qq.com。



定样品中痕量乃至超痕量水平的有机污染物。在 GC-MS 技术中,常用的电子轰击离子源(EI)可使有机污染物分子产生稳定的特征离子碎片。结合高选择性的质量分析器(如三重四极杆)与高灵敏度的检测器(如电子倍增器),该方法的检测限可达 pg 至 fg 级别。然而,对于实际土壤样品,方法检出限会受到基质效应、前处理回收率等因素的显著影响,通常需要通过净化、富集等手段才能达到超痕量分析要求。

### 1.2.3 定性准确

MS 检测基于有机污染物分子的  $m/z$  进行分析,不同化合物具有独特的质谱碎片峰图,犹如“分子指纹”,具有高度特异性。通过将样品 MS 图与标准谱库进行匹配,并结合其在 GC 上的保留时间,可以准确鉴定样品中有机污染物的种类,有效避免仅凭 GC 可能产生的误判。

### 1.2.4 重复性和稳定性良好

在相同的实验条件下,GC-MS 仪器对同一样品多次分析所得到的结果具有高度的一致性。这种良好的重复性与仪器稳定性确保了检测数据的可靠性和可比性,为土壤污染的长期监测与评估提供了有力保障。

## 2 GC-MS 技术在土壤有机污染物检测中的应用

土壤中的有机污染物种类繁多,主要包括农药类污染物(如有机氯农药、有机磷农药、拟除虫菊酯类农药等)、多环芳烃类污染物(PAHs)、挥发性有机物(VOCs)等。GC-MS 技术凭借其自身独特优势,在上述各类有机污染物的检测中有广泛应用。

### 2.1 农药类污染物的检测

农药在农业生产中被广泛应用,主要作用是防治病虫害及提高农作物产量。然而部分农药具有高毒性、高残留性和持久性,在土壤中难以降解且易积累,对土壤生态环境及人类健康构成严重威胁。

对于热稳定性好的有机氯农药(如六六六、滴滴涕、氯丹等),因其具有较高沸点和稳定性,

通常采用气相色谱-电子轰击离子源质谱(GC-EI-MS)进行检测。样品前处理多采用加速溶剂萃取法(ASE)、索氏提取法或超声萃取法等。以 ASE 为例,常以正己烷-丙酮混合溶剂为萃取剂,在特定温度与压力下对土壤样品进行萃取,萃取液常经弗洛里硅土或硅胶固相萃取柱净化,以去除土壤中的极性干扰物。对于有机质含量高或油脂污染严重的特殊土壤样品,可考虑采用凝胶渗透色谱进行进一步净化。通过选用如 DB-5MS 毛细管柱等弱极性色谱柱并优化升温程序,可实现多种有机氯农药的基线分离。质谱检测中可选择各有机氯农药的特征离子(如六六六的特征离子为  $m/z$  180、182,滴滴涕的特征离子为  $m/z$  235、237)进行扫描,可提高选择性和灵敏度。研究表明,快速溶剂萃取-GC-MS 法测定土壤中 6 种有机氯农药,检出限为 0.001 ~ 0.004 mg/kg,三水平加标回收率为 86.0% ~ 105.5%,测试结果精密度为 1.8% ~ 4.8% ( $n=6$ )<sup>[1]</sup>。

对于热稳定性较差的有机磷农药(如敌敌畏、乐果等),为减少分解,需采用更温和的分析条件。有机磷农药的 GC-MS 分析主要采用标准的 EI 源。在 EI 谱图中若分子离子峰较弱,可辅助使用化学电离源等技术获取更丰富的分子离子信息,以辅助结构确认。前处理中适宜采用低温、短时萃取方法(如室温下乙腈超声萃取并经  $C_{18}$  等固相萃取柱)净化后进行分析。例如,土壤样品经乙腈振荡提取,在旋转蒸发仪上用 40 °C 旋转浓缩至约 2 mL 左右,取下后在氮吹仪上用氮气吹干,在选定的质谱条件下对土壤样品进行分析检测,该方法加标回收率为 75.5% ~ 121.5%,相对标准偏差为 2.3% ~ 8.7%,检出限 0.25 ~ 0.82  $\mu\text{g/kg}$ <sup>[2]</sup>。

拟除虫菊酯类农药既不像有机氯农药那样极其稳定,也不像有机磷农药那样容易水解。在通常的 GC-MS 分析温度(低于 300 °C)下,它们表现稳定。在提取或净化时应避免使用强碱性试剂或缓冲盐;在使用氮吹浓缩时,水浴温度建议控制在 40 °C 以下,防止局部过热或长时间高温导致分解;样品处理过程中应避光操作。土壤试样经超声提取、弗洛里硅土柱净化,进 GC-MS 系统检测,经



过色谱条件优化, 4 种拟除虫菊酯类农药得到分离, 检出限低于  $3 \mu\text{g/L}$ , 回收率介于  $76.2\% \sim 96.8\%$  之间<sup>[3]</sup>。

## 2.2 多环芳烃类污染物的检测

PAHs 主要来源于化石燃料(如煤、石油、天然气等)及有机物(如木材、烟草、塑料等)的不完全燃烧, 具有较强的致癌性、致畸性和致突变性, 是土壤环境中典型的持久性有机污染物之一。样品前处理通常采用 ASE 或微波辅助萃取法(MAE)等。例如, 采用 ASE, 以二氯甲烷-正己烷混合溶剂为萃取剂, 在  $100 \sim 120^\circ\text{C}$ 、 $10 \sim 15 \text{ MPa}$  条件下对土壤样品萃取, 萃取液经硅胶固相萃取柱净化去除极性干扰物后进行分析。在 GC-MS 分析过程中, 色谱分离通常采用弱极性或非极性的毛细管色谱柱(如 DB-5MS、HP-5MS 等), 通过程序升温(如初始温度  $50^\circ\text{C}$ , 保持 2 min, 然后以  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率升温至  $300^\circ\text{C}$ , 保持 10 min)实现多种多环芳烃的有效分离。在质谱检测中, 通过选择多环芳烃的分子离子峰或特征碎片离子峰(如苯并[a]芘的分子离子峰为  $m/z$  252)进行定性, 并采用外标法或内标法进行准确定量<sup>[4]</sup>。研究表明, 采用加速溶剂萃取法与弗罗里硅土柱净化相结合, 并选用 DB-EUPAH 等专用色谱柱与优化的升温程序, 可实现 PAHs 的良好分离与检测。此方法相对标准偏差小于 10%, 检出限为  $0.1 \sim 1.0 \mu\text{g/kg}$ , 回收率处于  $75\% \sim 105\%$  之间<sup>[5]</sup>。

## 2.3 挥发性有机物(VOCs)的检测

VOCs 具有沸点低、易挥发的特点, 主要来源于工业废气排放、加油站泄漏、化工产品挥发等, 会带来一系列的环境问题。土壤中 VOCs 可通过挥发进入大气或随地下水迁移造成二次污染。鉴于 VOCs 的易挥发性, 其检测常采用吹扫捕集-气相色谱-质谱联用(P&T-GC-MS)或顶空-气相色谱-质谱联用(HS-GC-MS)技术, 宜避免常规前处理的损失。以吹扫捕集法为例, 将土壤样品置于吹扫瓶中, 用高纯氮气将 VOCs 吹出并由吸附阱捕集之后快速热脱附进入 GC-MS 系统进行分析。研究表明, 采用吹扫捕集作为前处理步骤, 通过 GC-MS 检测环境土壤中 65 种 VOCs, 采用内标

法定量, 65 种 VOCs 的检出限为  $0.2 \sim 1.7 \text{ ng/g}$ , 相对标准偏差为  $0.04\% \sim 48.71\%$ , 加标回收率为  $70.5\% \sim 112.3\%$ <sup>[6]</sup>。

## 3 小结

综上所述, GC-MS 技术凭借其卓越的高分离能力与精准的定性能力, 在土壤有机污染物检测中发挥着不可替代的作用。当前, 该技术仍面临复杂基质干扰、前处理流程复杂等挑战。未来, 随着智能化 MRM 数据库的构建(如覆盖 600 多种环境污染物的快速筛查方法)和微型化设备开发, 检测效率与现场适用性将持续提升。随着高分辨质谱(如 GC-Orbitrap MS)与 GC-MS/MS 的融合, 该技术不仅限于已知污染物的精准定量, 更将向非靶向筛查和未知污染物鉴定拓展, 为全面评估土壤污染风险提供新工具。通过推动多技术联用标准体系的完善, 该技术必将为土壤污染防治与生态环境安全保障提供更为强大的技术支撑。

## 参考文献

- [1] 马超, 欧阳寿鳌, 丁一. 气相色谱质谱法测定土壤中 6 种有机氯农药[J]. 化学工程师, 2024, 38(3): 30 ~ 32, 75.
- [2] 许延霞, 梁巧兰. 气质联用检测土壤中有机磷农药的优化研究[J]. 甘肃农业科技, 2017(7): 8 ~ 12.
- [3] 贾清华, 杜涛, 刘文杰, 等. 固相萃取-气相色谱-质谱联用测定土壤中 4 种拟除虫菊酯农药残留[J]. 塔里木大学学报, 2015, 27(1): 135 ~ 140.
- [4] 杨健, 张舟, 杜作灵, 等. 气相色谱质谱联用法测定土壤中的多环芳烃[J]. 广州化工, 2020, 48(6): 113 ~ 115.
- [5] 雷荣荣. 气相色谱-质谱联用法对土壤样本中多环芳烃污染物的检测方法优化[J]. 实验室检测, 2025, 3(2): 22 ~ 25.
- [6] 赵宏翠, 薛玲, 张建新, 等. 环境土壤样品中 65 种挥发性有机化合物的测定[J]. 化工设计通讯, 2024, 50(3): 23 ~ 25.