

非甲烷总烃检测总体解决方案

Labhands 公司针对非甲烷总烃项目从样品采集，样品信息管理，进样，以及后续数据处理提供一整套解决方案。



一、仪器配置方案

序号	仪器配置	性能说明	供应商
1	注射器	气体进样专用注射器，针筒与活塞 100% 滑顺通畅，有编号唯一对应，每一个注射器出厂前进样 3-5 次，做筛查。	Labhands
2	自动进样器	30 位或者 60 位可选。具有管路自动清洗，反吹，重复进样等功能，配置双定量环可以一次进样到两个进样口到达两个检测器。	Labhands
3	Score 工作站软件	控制进样器；设置进样器各项参数；数据库管理样品信息；辅助处理数据功能	Labhands
4	气相色谱主机（双进样口双 FID 检测器）	主流进口品牌 Agilent/Shimadzu/PE/Thermo	自行采购

备注：气相色谱只需要配置双进样口和双 FID 检测器（毛细管柱或者填充柱都可），不需要配置其它任何阀系统。

二、应用举例

1.实验部分

1.1 仪器

Labhands HD-30 全自动气体进样器

Agilent 7820GC System

1.2 分析条件

1.2.1 进样器

进样方式：注射器进样

定量体积：1.0ml

清洗时间：30S

冲洗时间：45S

取样时间：40S

进样间隔：3.2min

清洗流速：40ml/min

采样流速：40ml/min

1.2.2 GC

色谱柱：#1 FS,Deactivated-30m*530 μ m

#2 HP-PLOT Molesieve5A-30m*530 μ m*50 μ m

进样口温度：150 $^{\circ}$ C

进样方式：分流进样

分流比：2:1

载气控制模式：恒流模式

恒流速度：7.0ml/min

柱温：60 $^{\circ}$ C

FID 温度：200 $^{\circ}$ C

保留时间：3min

H₂ 流量：30ml/min

Air 流量: 400ml/min

尾吹流量: 20ml/min

1.3 样品测试

将事先配制好的装有若干相同浓度的采气袋连接至进样器, 设定适当的色谱条件与进样器条件, 待仪器稳定进入就绪状态后开始全自动采样分析。

2.结果与讨论

2.1 标准品色谱图

甲烷气标准图谱如下图 1 所示, 总烃(甲烷丙烷混合气)标准图片如下图 2 所示

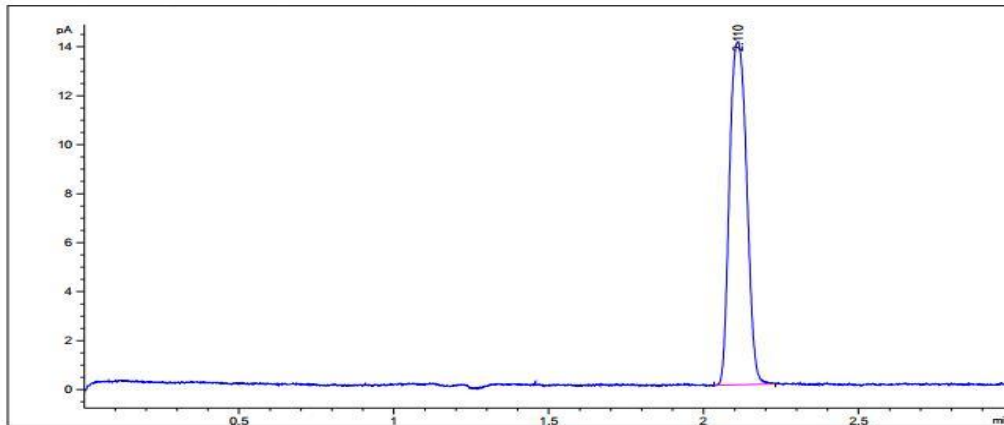


图 1 甲烷

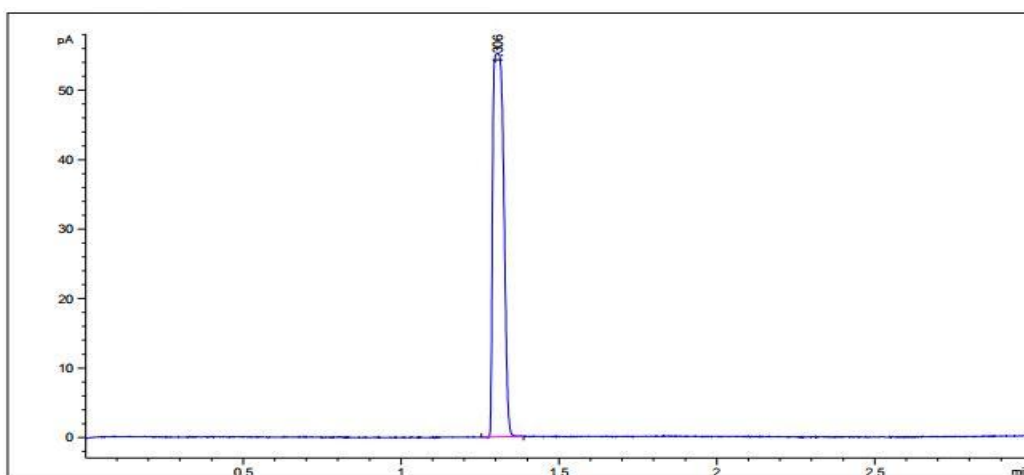


图 2 总烃

2.2 标准曲线

配制不同浓度的甲烷丙烷混合气，以浓度 (mg/m^3) 为横坐标，峰面积为纵坐标进行线性拟合 见表 1。甲烷总烃标准曲线见图 3

表 1

No.	化合物	线性范围 (mg/m^3)	相关系数
1	甲烷	0.46~29.6	0.9996
2	总烃	0.47~57.2	0.9995

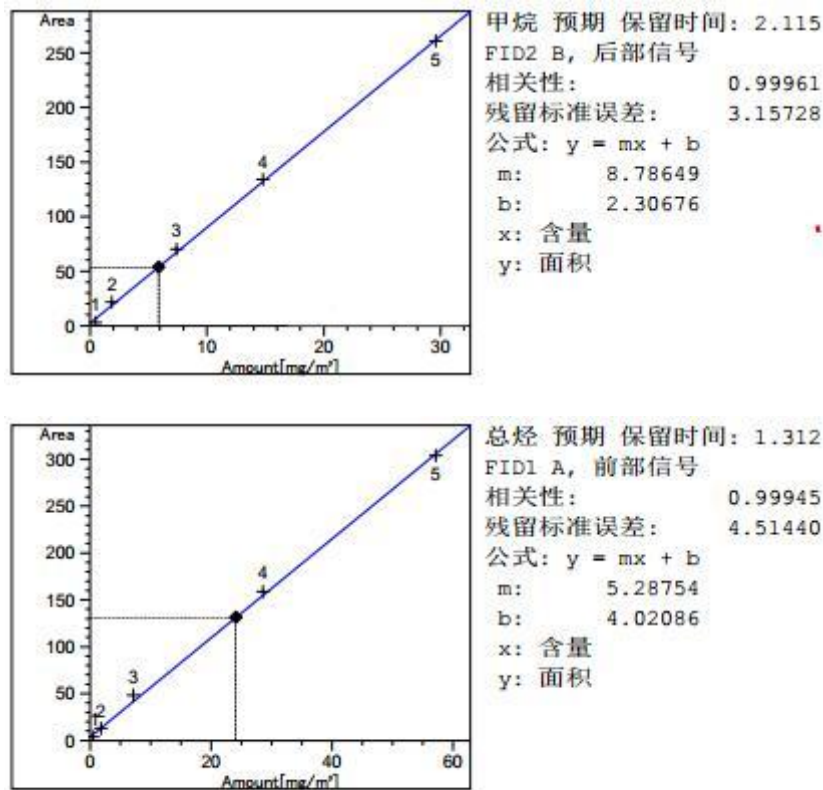


图 3 标准曲线

2.3 重复性试验

使用甲烷丙烷标准气体配制样品气，重复进样 20 次，其峰面积重复性结果见表 2

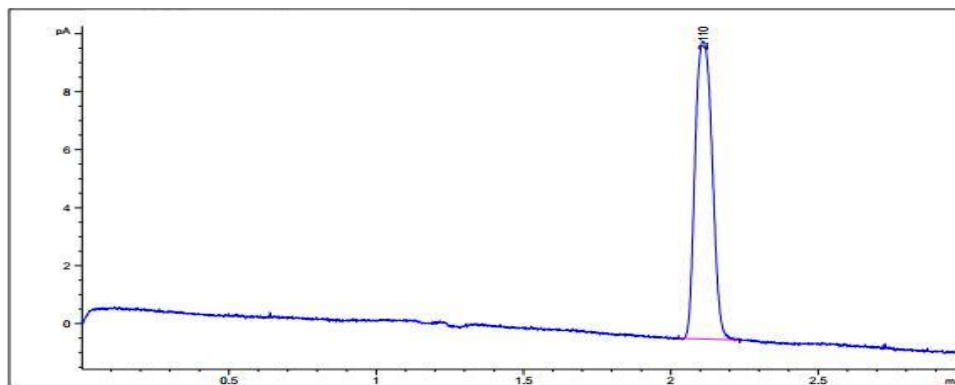
表 2

序号	甲烷		总烃	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	2.110	53.8553	1.307	131.6890
2	2.111	48.5096	1.307	131.0038
3	2.109	49.6431	1.307	133.6941
4	2.109	48.4710	1.306	132.0766
5	2.109	47.1047	1.305	132.5895
6	2.109	49.1115	1.305	134.0277
7	2.110	48.9226	1.306	134.2080
8	2.110	49.3004	1.307	131.7610
9	2.110	48.8769	1.307	130.6828
10	2.110	48.1239	1.305	130.2625
11	2.110	48.9173	1.307	130.8663
12	2.110	48.7398	1.307	132.5916
13	2.110	49.0087	1.307	132.8169
14	2.110	51.3758	1.307	132.0771
15	2.110	47.9754	1.307	119.6869
16	2.111	48.4780	1.305	138.9483
17	2.109	54.3992	1.305	134.0108
18	2.109	47.8665	1.304	134.0864
19	2.109	49.0228	1.307	137.0279
20	2.111	48.1265	1.305	131.9508
RSD%	0.03%	3.77%	0.08%	3.67%

2.4 清洗反吹试验

由于进样器设计为全自动连续进样，若在分析每个样品之间，管路清洗不完全可能会导致样品交叉污染，故设计清洗反吹实验验证清洗效果。

使用甲烷丙烷混合气，在浓度线性范围内分别配制低浓度、高浓度气体，分别进样测试甲烷含量，之后设置不同的清洗时间，观察色谱基线变化情况。低浓度、高浓度甲烷含量见图 4。



外标法报告

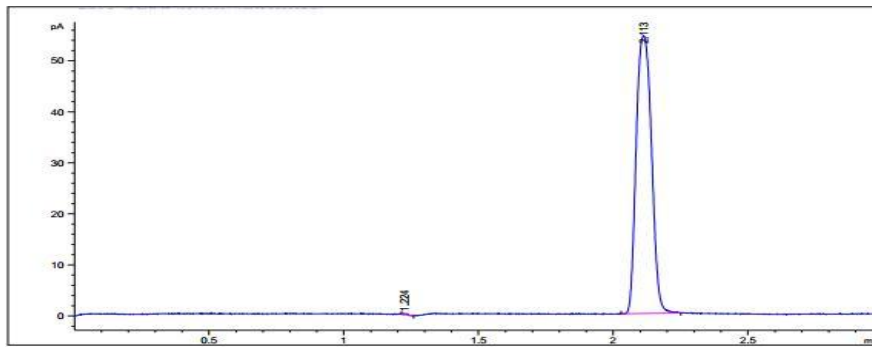
排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: 1.0000
 稀释因子: 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID2 B, 后部信号

保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量组 [mg/m ³]	名称
2.110	BB	41.35326	1.07462e-1	4.44392	甲烷

总量: 4.44392

低浓度甲烷含量



外标法报告

排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: 1.0000
 稀释因子: 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID2 B, 后部信号

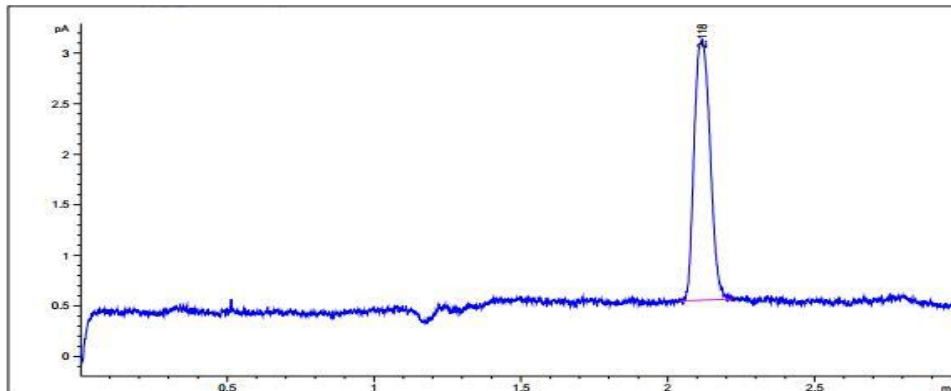
保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量 [mg/m ³]	组名称
2.113	BB	215.32956	1.12592e-1	24.24435	甲烷

总量: 24.24435

高浓度甲烷含量

图 4

当进行 3 秒清洗后，基线变化见下图 5



外标法报告

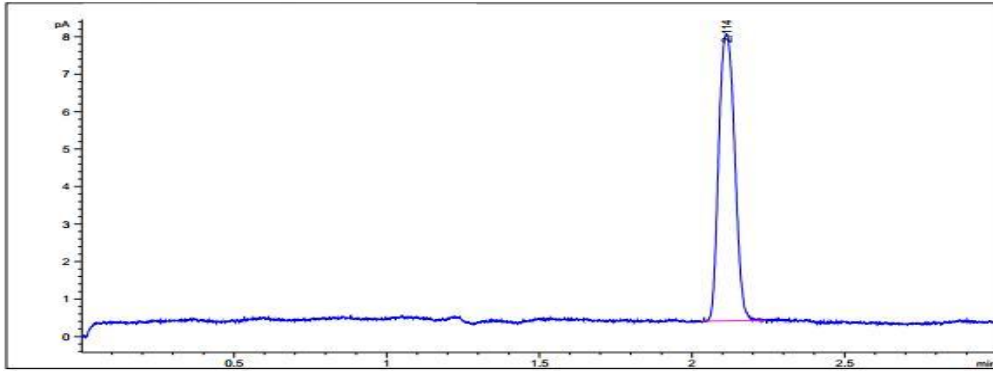
排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: 1.0000
 稀释因子: 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID2 B, 后部信号

保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量 [mg/m ³]	组名称
2.118	BB	9.68047	8.66910e-2	8.39210e-1	甲烷

总量: 8.39210e-1

低浓度基线变化



外标法报告

排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: 1.0000
 稀释因子: 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

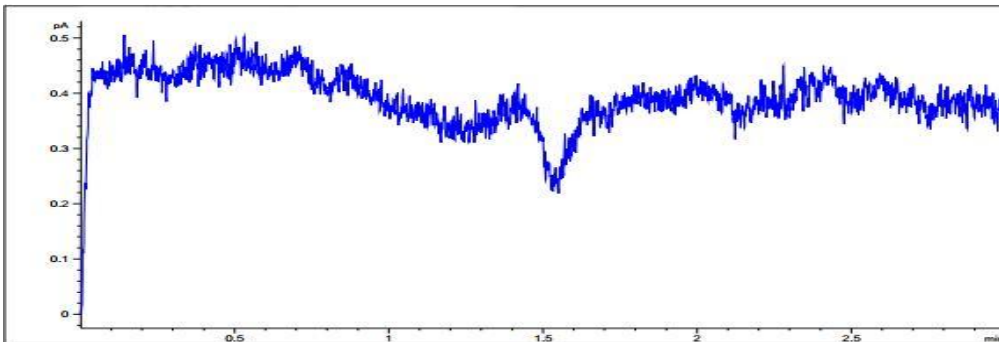
信号 1: FID2 B, 后部信号

保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量 [mg/m ³]	组 名称
2.114	BB	27.79012	1.04364e-1	2.90029	甲烷
总量:				2.90029	

高浓度基线变化

图 5

当进行 10 秒清洗后，基线变化见下图 6



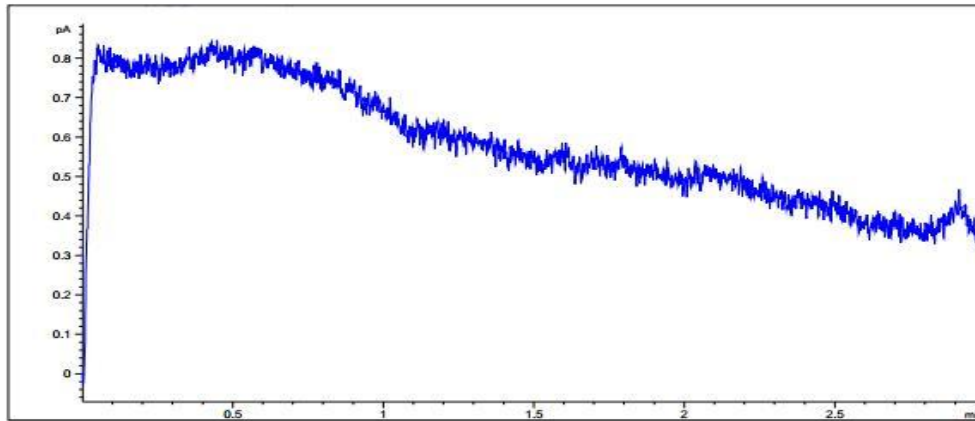
外标法报告

排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: 1.0000
 稀释因子: 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID2 B, 后部信号

保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量 [mg/m ³]	组 名称
2.115	-	-	-	-	甲烷
总量:				0.00000	

低浓度基线变化



外标法报告

排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: : 1.0000
 稀释因子: : 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID2 B, 后部信号

保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量组 [mg/m ³]	名称
2.115	-	-	-	-	甲烷

总量: 0.00000

高浓度基线变化

图 6

由实验结果可知，在一定的色谱条件下，较长的管路冲洗时间有利于将管路内残余样品冲洗干净，有效避免样品交叉污染。

3.结论

采用 Labhands HD-30 全自动气体进样器与 GC 联用系统分析非甲烷总烃与传统手工进样分析比较，可以达到**实验过程全自动化**，特别适合批量样品进样，数据稳定可靠的同时大大提高了工作效率；实验通过 **Score** 工作站软件设置各项参数如进样时间，清洗时间等实验操作人员可以根据样品浓度、数量等情况实时优化，去除样品间的交叉污染。通过 Score 录入的样品信息也将保存到数据库中，以方便用户调用查阅。