

气体自动进样器在非甲烷总烃分析项目中的应用

摘要： 本文使用了 Lanhands HD-30 全自动气体进样器（下称“进样器”）与 Agilent 7820 GC System（下称“GC”）联用测定空气废气中非甲烷总烃含量的方法。通过气体采集器与进样器连接直接进样，一次性检测非甲烷总烃含量。结果表明：甲烷、总烃的线性关系良好，相关系数 r 在 0.999 以上，方法重现性好， $RSD\% < 5\%$ 。该方法适用于空气废气中非甲烷总烃含量测定。

关键词： 自动进样 空气废气 非甲烷总烃 气相色谱

非甲烷总烃（NMHC）通常通常是指除甲烷以外的所有可挥发的碳氢化合物（其中主要是 $C_2 \sim C_8$ ），又称非甲烷总烃。当大气中的非甲烷总烃（NMHC）超过一定浓度，除直接对人体健康有害外，在一定条件下经日光照射还能产生光化学烟雾，对环境和人类造成危害，尤其是煤化工，石油化工等行业由于原料是煤和石油，在煤和石油的分馏、裂化、裂解过程中最容易产生非甲烷总烃。由此可见，对环境空气中非甲烷总烃（NMHC）的含量进行检测分析，对于环境的保护与监测有重要意义。

测定环境空气中非甲烷总烃含量的常用方法是气相色谱法。一般气相色谱仪配有双柱，分别为甲烷柱与总烃柱，双 FID 检测器。对一个样品进行分析要手动进样两次，分别计算甲烷含量与总烃含量，最后通过公式将二者数据代入，计算非甲烷总烃含量。然而，该方法操作繁琐，分析时间较长，样品重现性较差，结果处理麻烦。

本文采用进样器与 GC 联用方法测定，一次进样即可得出非甲烷总烃含量，在重现性、操作方法、实验时间等方面都得到了提升，同时增加了实验效率、与准确性。

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

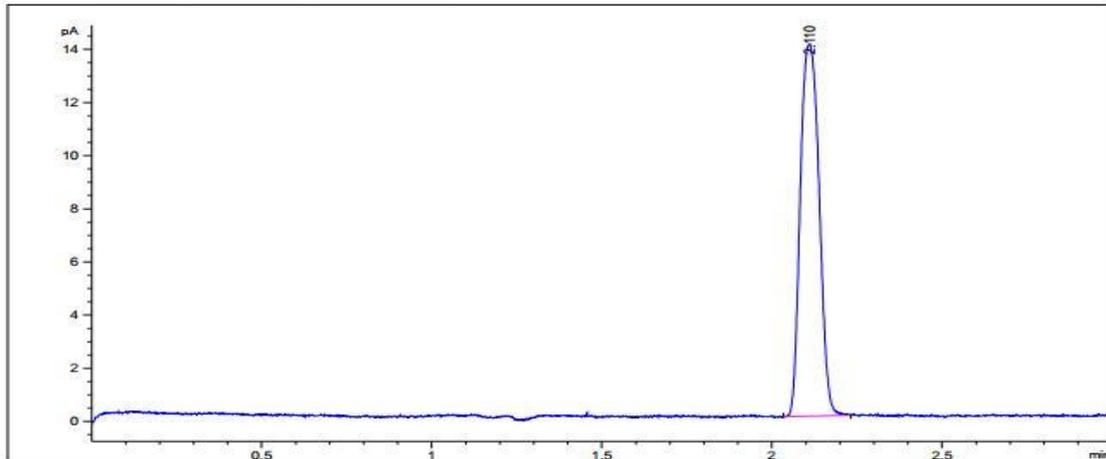


图 1 甲烷

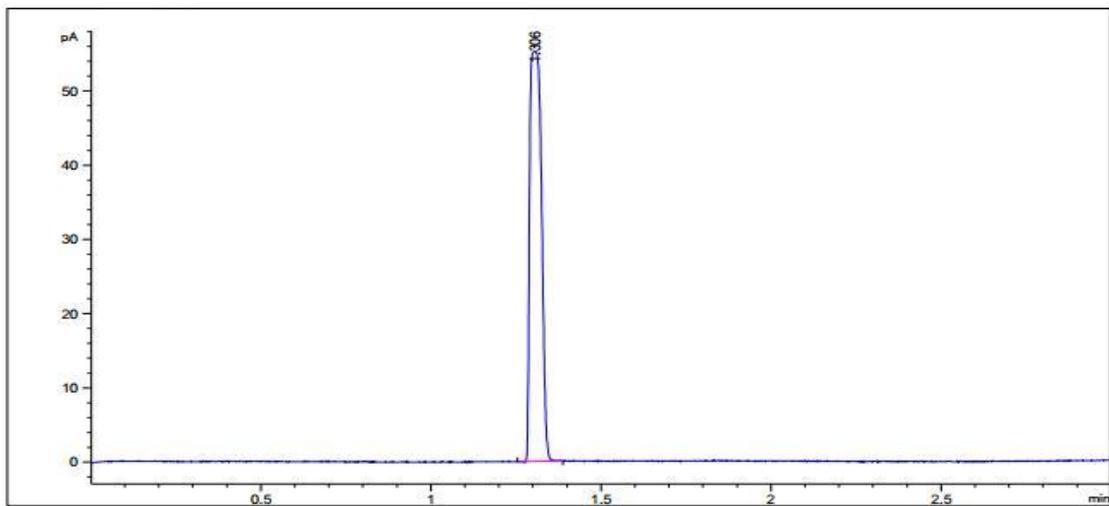


图 2 总烃

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

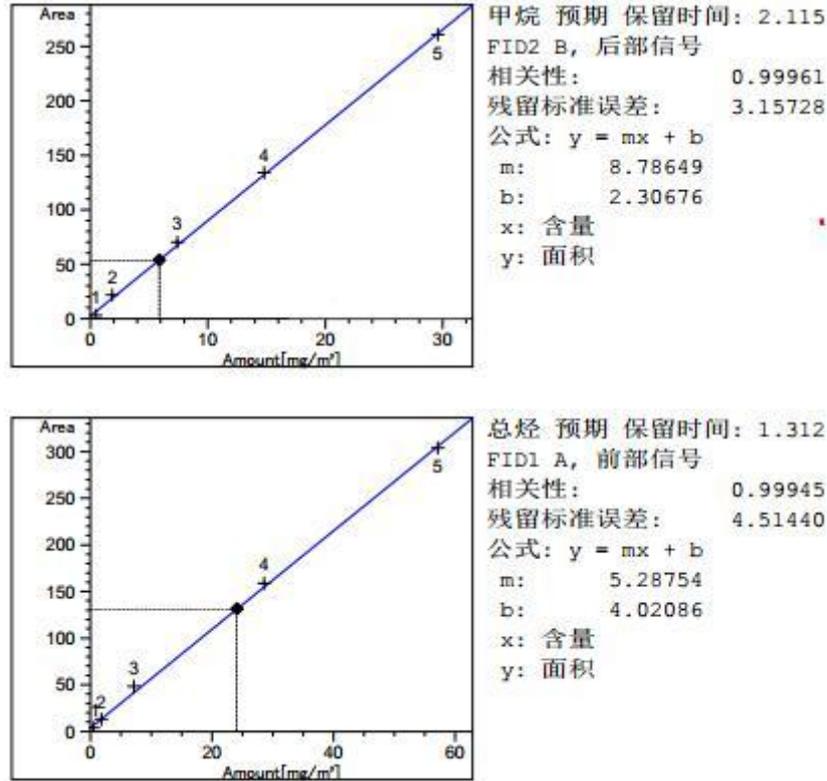


图 3 标准曲线

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

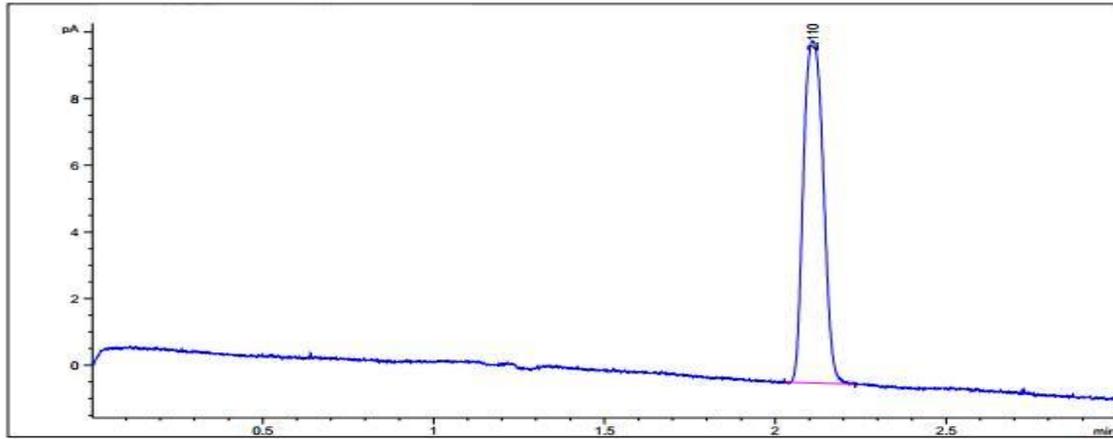
序号	甲烷		总烃	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	2.110	53.8553	1.307	131.6890
2	2.111	48.5096	1.307	131.0038

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。



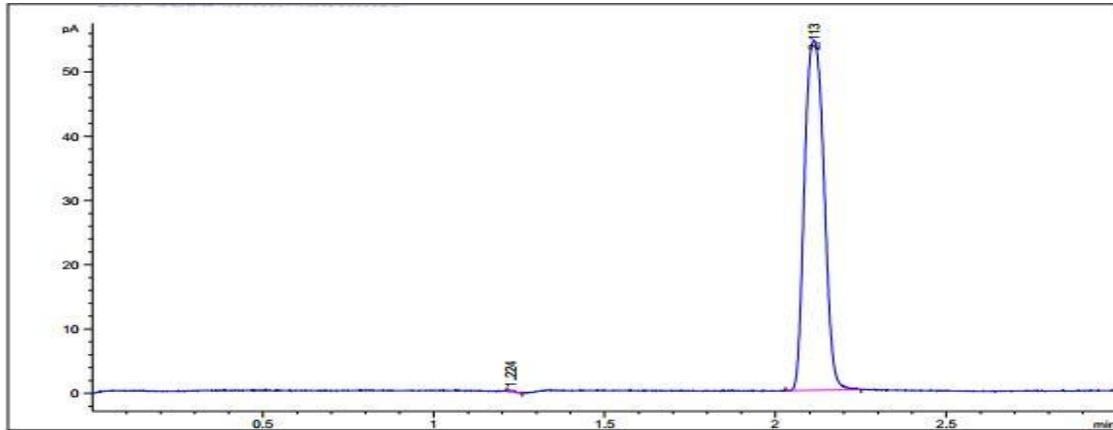
外标法报告

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 [mg/m ³]	组名称
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

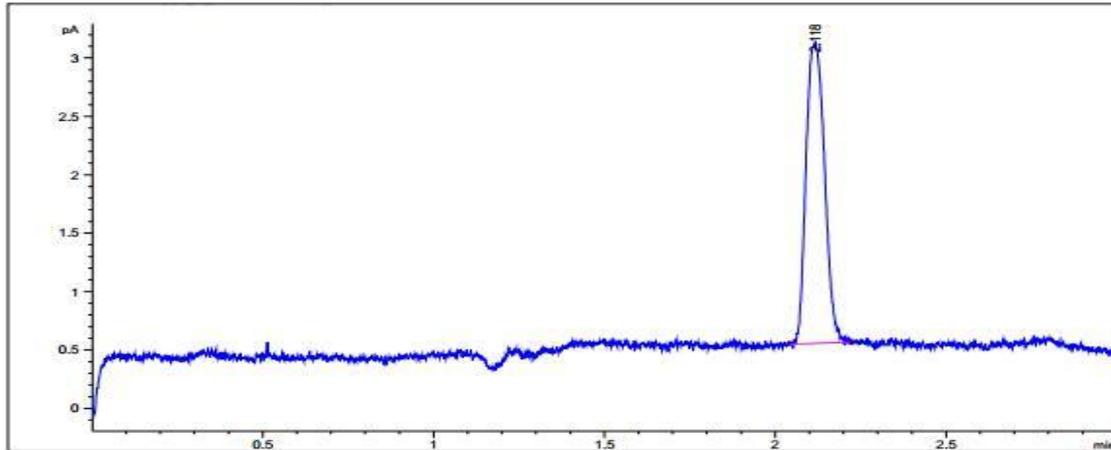
信号 1: FID2 B, 后部信号

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

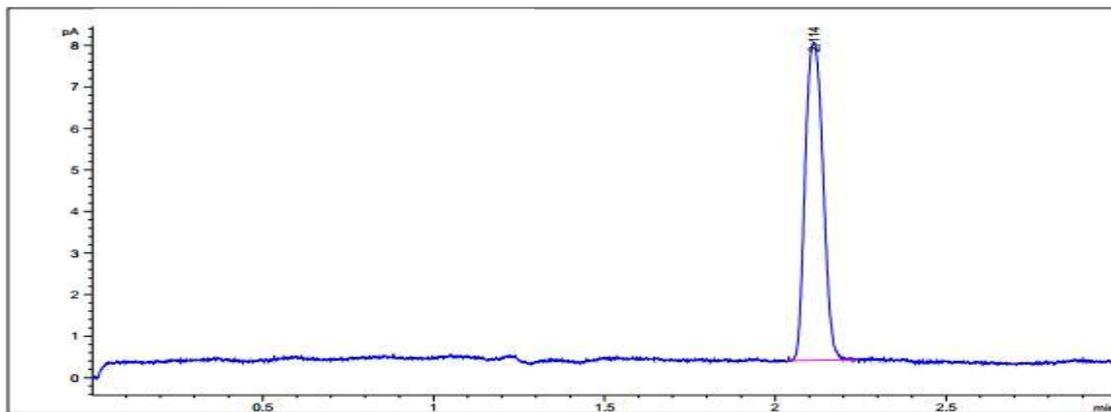
排序 : 信号
 校正数据修改时间 :
 乘积因子: 1.0000
 稀释因子: 1.0000
 内标使用乘积因子和稀释因子

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 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

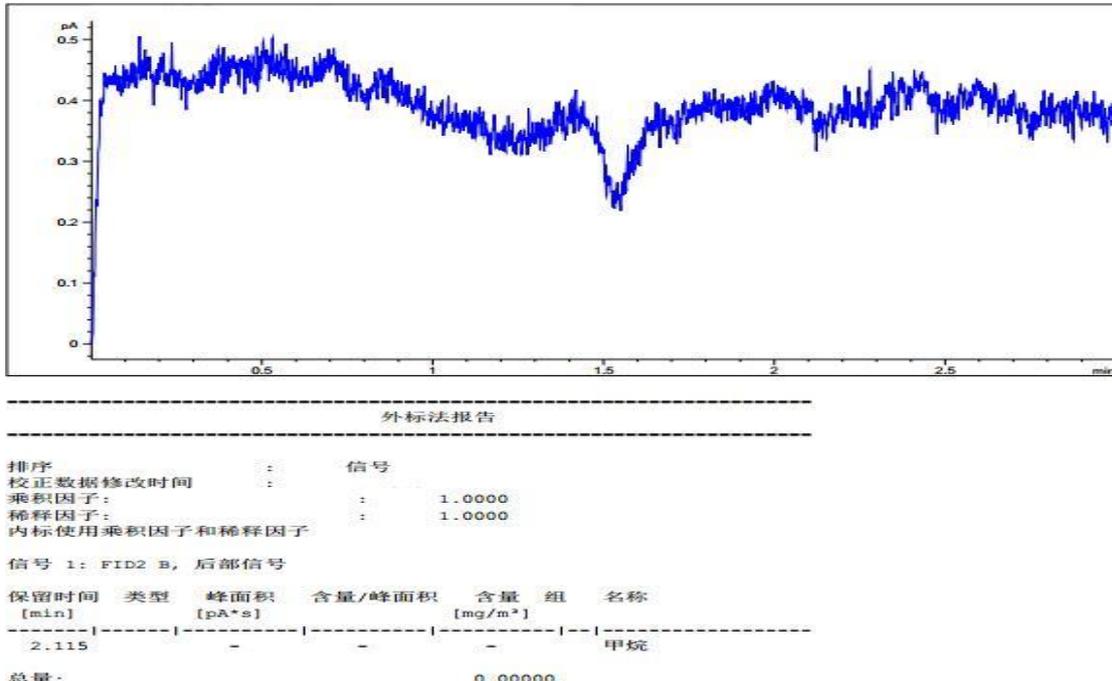
保留时间 [min]	类型	峰面积 [pA*s]	含量/峰面积	含量 组	名称
2.114	BB	27.79012	1.04364e-1	2.90029	甲烷

总量: 2.90029

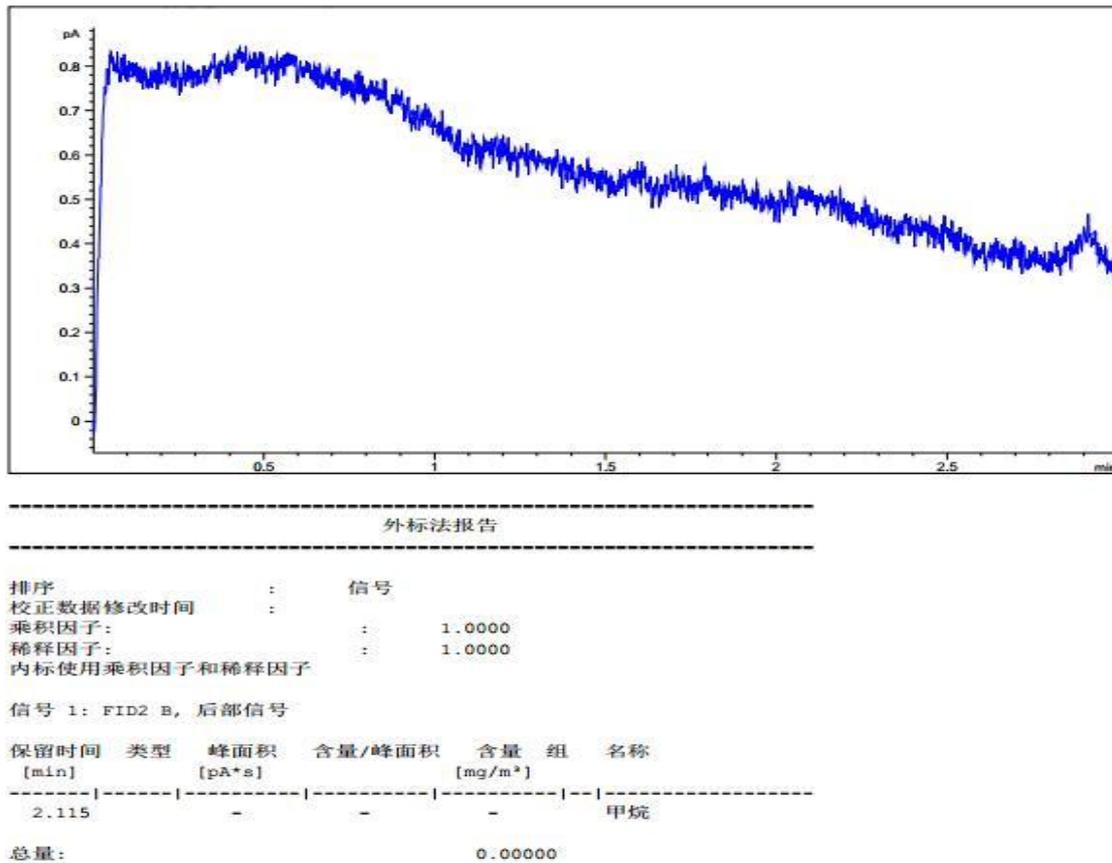
高浓度基线变化

图 5

当进行 10 秒清洗后，基线变化见下图 6



低浓度基线变化



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**实验过程自动化**：即分析一批样品不需实验人员在仪器旁操作等待；可以达到**实验结果自动化**：即使用 Labhands HD-30 全自动气体进样器提供的 **Socre 工作站**可以直接计算出样品中非甲烷总烃含量，并且自动打印数据报告，免去人工依次计算一批样品结果的工作。

在使用 Labhands HD-30 全自动气体进样器与 GC 联用系统分析非甲烷总烃提高实验效率的同时，甲烷与总烃的线性相关性、样品的重复性也较传统分析方法有很大提升。

Labhands 公司对本材料可能存在的错误或装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

Labhands 公司版权所有©,2016

2015 年 9 月 16 日中国印刷

出版号：LB-HD-0512-CHCN