

# 气体自动进样器与岛津 GC-2014 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 岛津 GC-2014（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，检测非甲烷总烃含量，同时与手动进样作对比，结果表明：甲烷、总烃的线性关系良好，相关系数  $r$  在 0.995 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）通常是指除甲烷以外的所有可挥发的碳氢化合物（其中主要是 C2~C8），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，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，连续进样可能会导致交叉污染。

本文采用进样器与 GC 联用方法测定，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

岛津 GC-2014

### 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

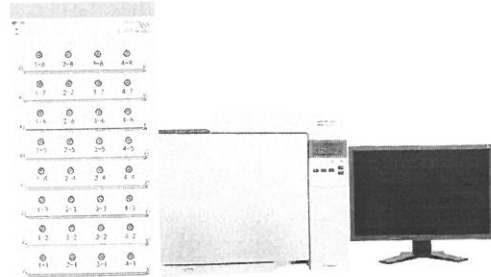
冲洗时间：45S

取样时间：40S

进样间隔：1.1min

清洗流速：40ml/min

采样流速：40ml/min



### 1.2.2 GC

色谱柱：#1 硅烷化玻璃微珠填充柱 2m\*3.0mm

#2 GDX-104 填充柱-3m\*3.0mm

进样口温度：200℃

进样方式：直接进样

载气控制模式：恒流模式

恒流速度 40ml/min

柱温：100℃

FID 温度：300℃

保留时间：1min

### 1.3 样品测试

将事先配制好的装有若干相同浓度的针筒连接至进样器，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。在空白样品、标准气体样品及样品重复性采用手动进样与自动进样进行对比分析。

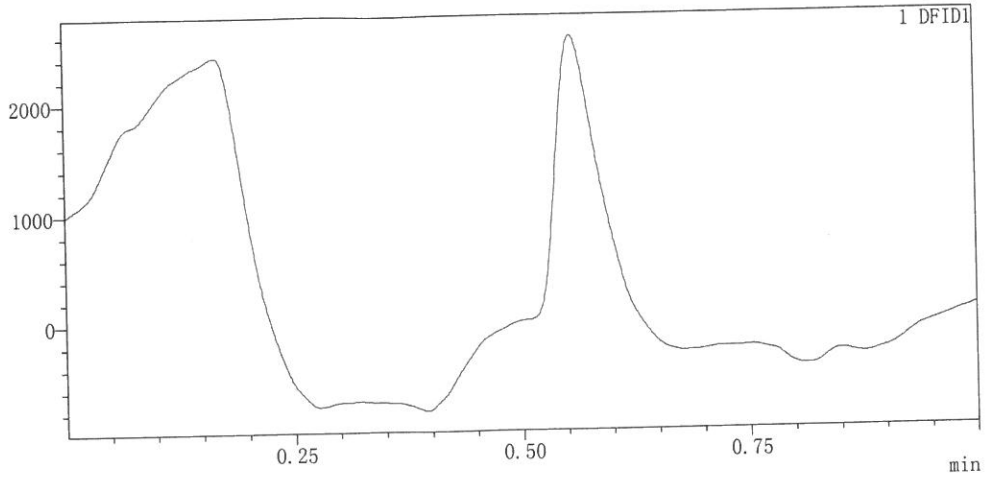
## 2.结果与讨论

### 2.1 空白色谱图

高纯空气甲烷谱图对比如下图 1、2 所示，高纯空气总烃谱图对比如下图 3、4 所示

色谱图

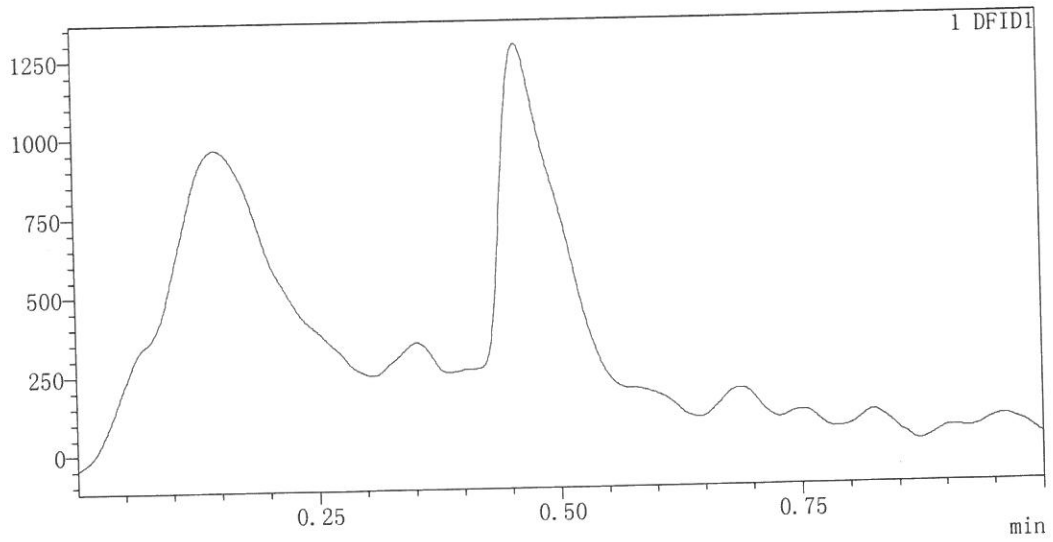
uV



峰表						
DFID1						
峰号	保留时间	面积	高度	宽度	保留时间	Area
总计						
化合物名						

图1 手动进样甲烷  
色谱图

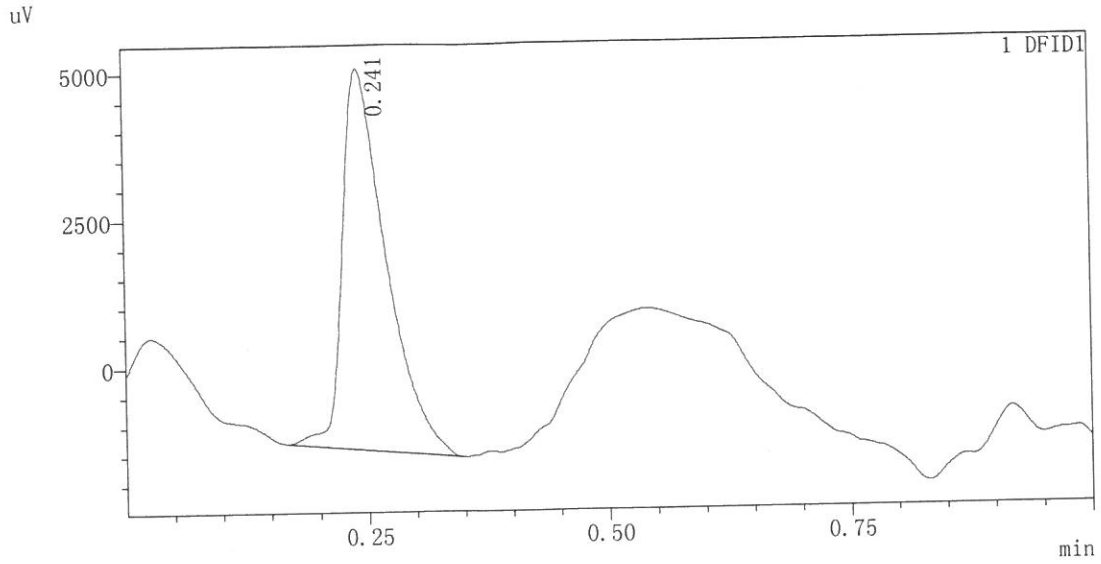
uV



峰表						
DFID1						
峰号	保留时间	面积	高度	宽度	保留时间	Area
总计						
化合物名						

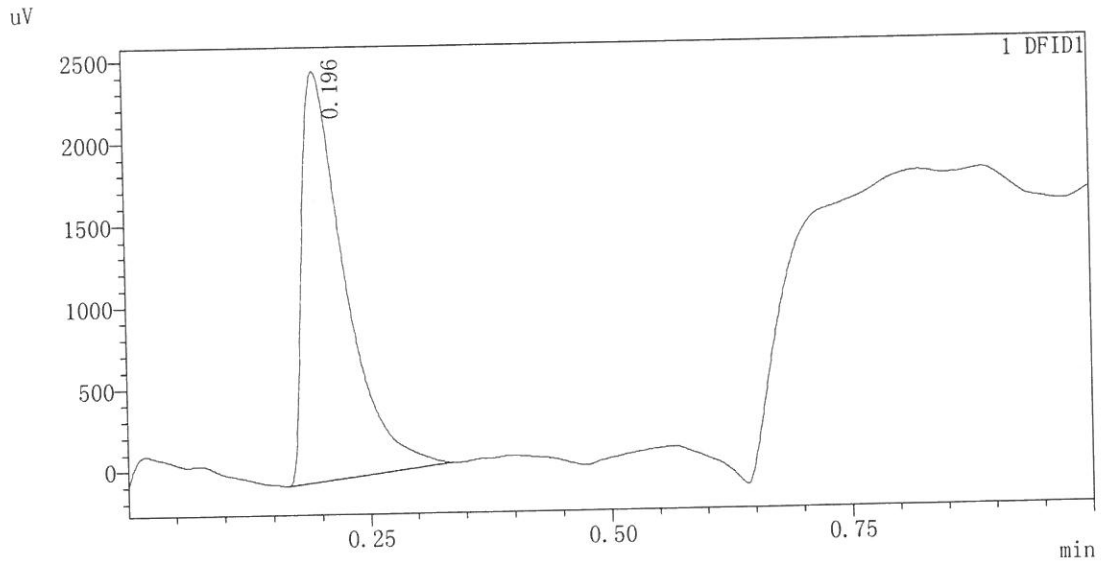
图2 自动进样甲烷

色谱图



峰表						
峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标识
1	0.241	20409	6448	0.708	mg/m3	
总计		20409	6448			
化合物名						
名称						

图3 手动进样总烃  
色谱图



峰表						
峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标识
1	0.196	7696	2506	0.369	mg/m3	
总计		7696	2506			
化合物名						
名称						

图4 自动进样总烃  
色谱图

结论：经多次分析验证自动进样与手动进样空白值差别不大

### 2.1 标准品色谱图

17.184mg/m<sup>3</sup> 甲烷气标准图谱对比如下图 1、2 所示，69.256mg/m<sup>3</sup> 总烃（甲烷丙烷混合气）标准图谱对比如下图 3、4 所示

色谱图

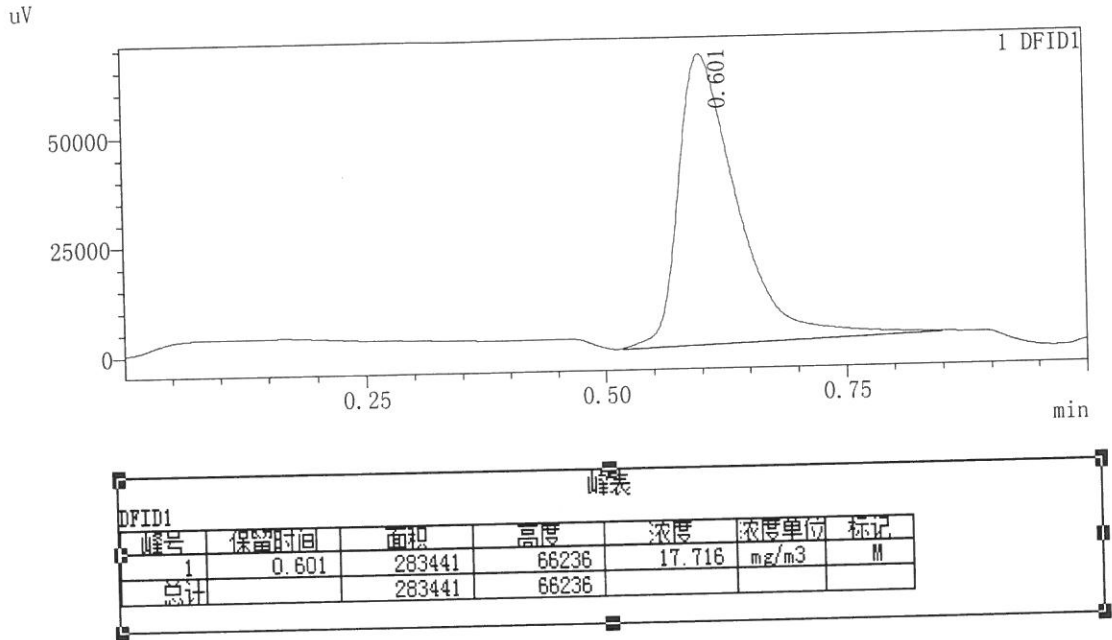


图 1 手动进样甲烷

色谱图

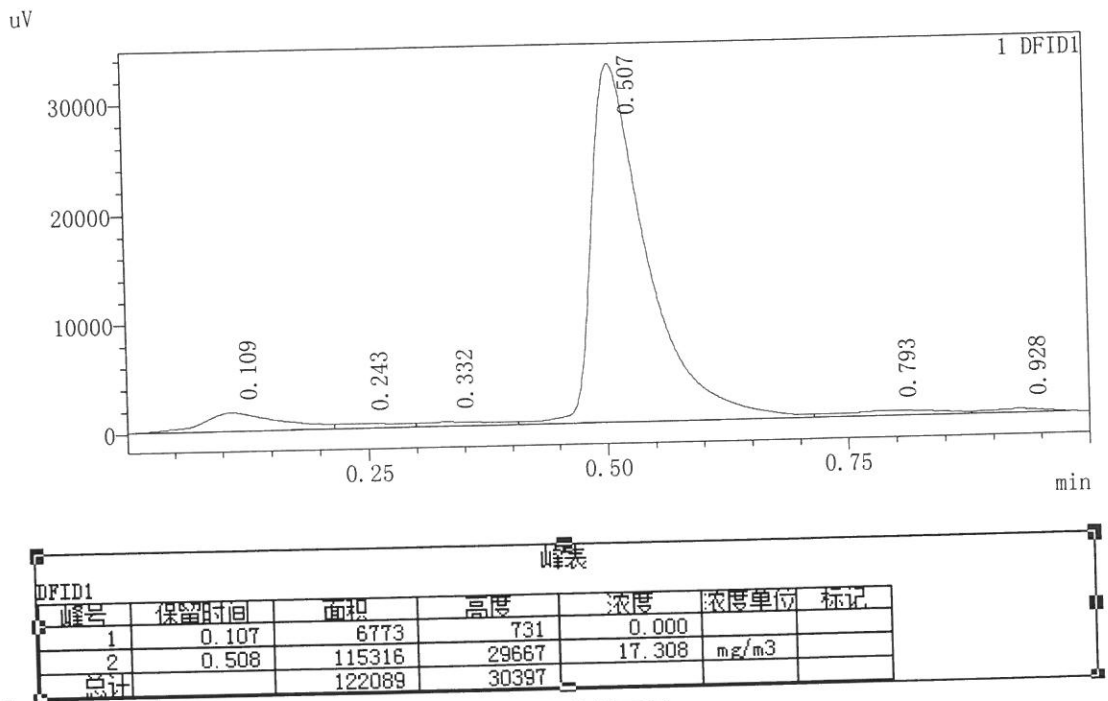
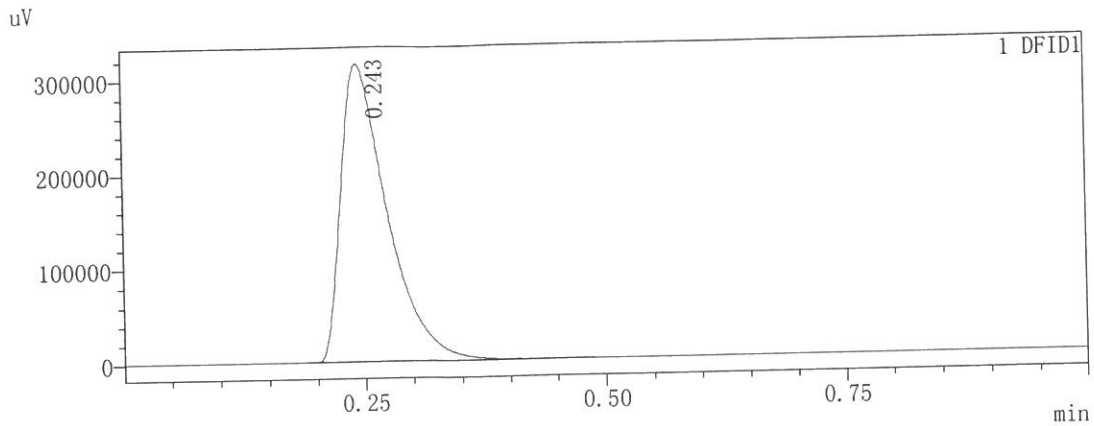


图 2 自动进样甲烷

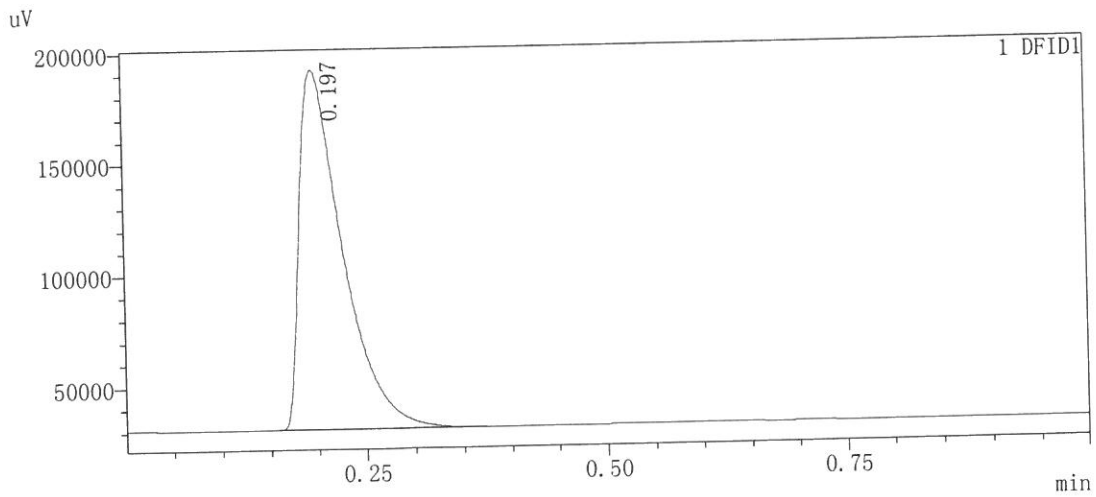
色谱图



峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标记
1	0.243	1062715	314717	69.559	mg/m <sup>3</sup>	
总计		1062715	314717			

图3 手动进样总烃

色谱图



峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标记
1	0.198	462725	147727	69.262	mg/m <sup>3</sup>	
总计		462725	147727			

图4 自动进样总烃

结论：经过多次分析验证相同浓度的甲烷与总烃自动进样相对于手动进样仪器响应值偏小，保留时间提前。

## 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<sup>3</sup>) 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 2

表 1

No.	化合物	线性范围 (mg/m <sup>3</sup> )	相关系数
1	甲烷	2.148~21.48	0.9990
2	总烃	8.657~86.57	0.9980

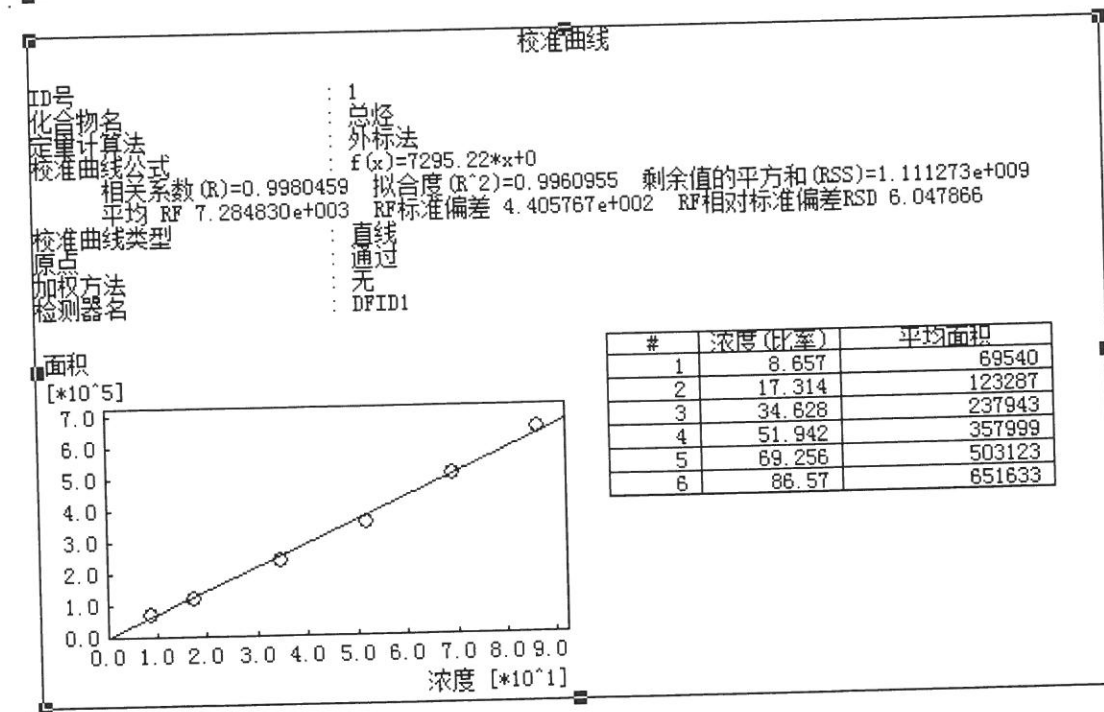
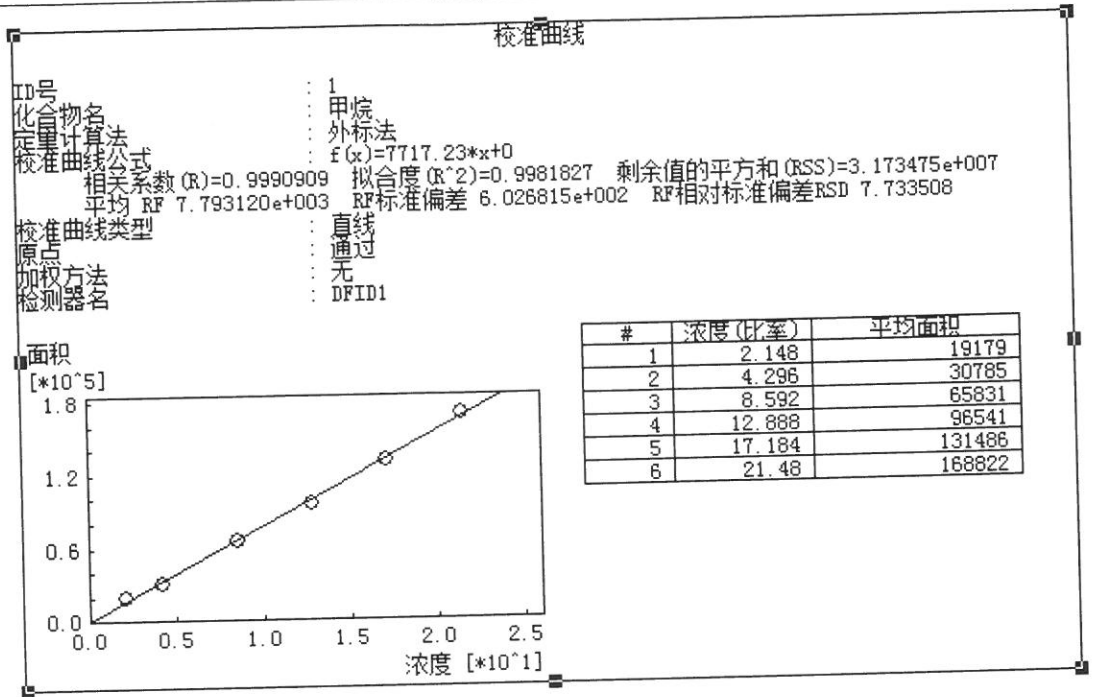


图 2 标准曲线

### 2.3 重复性试验

使用甲烷丙烷标准气体配制样品气, 手动进样与自动进样重复进样 6 次, 连

续分析三天，其浓度值重复性结果见表

序号	测试项目/日期	第一次 (mg/m <sup>3</sup> )	第二次 (mg/m <sup>3</sup> )	第三次 (mg/m <sup>3</sup> )	第四次 (mg/m <sup>3</sup> )	第五次 (mg/m <sup>3</sup> )	第六次 (mg/m <sup>3</sup> )	均值 (mg/m <sup>3</sup> )	RSD (%)
1	2017. 3. 21	取 60ml 浓度为 86. 57mg/m <sup>3</sup> 的非甲烷总烃标气打入 40ml 高纯空气中							
2	手动总烃	52.039	52.689	53.022	53.018	53.660	53.341	52.962	1.056
3	手动甲烷	12.922	12.409	12.804	12.910	12.930	12.799	12.796	1.549
4	自动总烃	50.678	47.198	47.859	47.889	48.244	48.031	48.317	2.502
5	自动甲烷	11.891	11.987	11.141	12.288	11.946	12.369	11.937	3.648
6	2017. 3. 22								
7	手动总烃	49.444	49.860	49.898	50.307	47.705	49.964	49.530	1.889
8	手动甲烷	12.667	12.813	12.379	12.785	12.664	12.956	12.711	1.534
9	自动总烃	49.073	46.898	46.621	47.319	48.550	50.362	48.137	3.010
10	自动甲烷	12.087	12.337	12.066	12.048	11.013	12.144	11.949	3.937
11	2017. 3. 23								
12	手动总烃	49.531	51.436	50.873	50.163	50.614	50.713	50.555	1.285
13	手动甲烷	12.867	13.119	12.868	13.022	12.806	13.371	13.009	1.628
14	自动总烃	49.378	51.307	47.955	46.915	46.802	47.424	48.297	3.617
15	自动甲烷	11.658	12.549	12.350	11.729	11.482	12.408	12.029	3.799

结论：自动进样器做重复性实验相对标准偏差总体大于手动进样，但满足标准要求 RSD<5%。

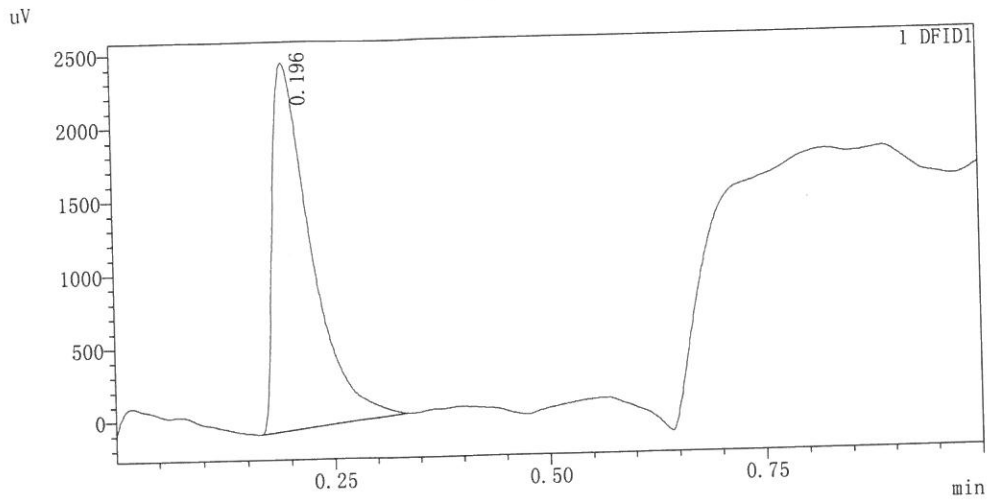
#### 2.4 清洗反吹试验

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，在浓度线性范围内配高浓度气体标样，测试甲烷及总烃含量，之后设置 10 秒清洗时间，测试高浓度样品进样前后空白样品，空白样品及高浓度样品总烃含量见图。



色谱图

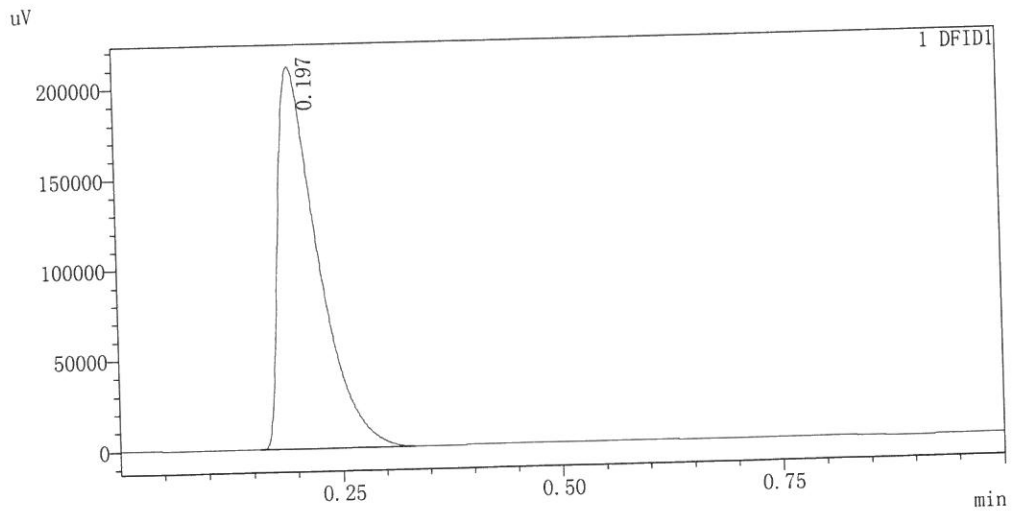


峰表						
峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标识
1	0.196	7696	2506	0.569	mg/m3	
总计		7696	2506			
化合物名						
甲烷						

高浓度标气之前空白含量

图 1

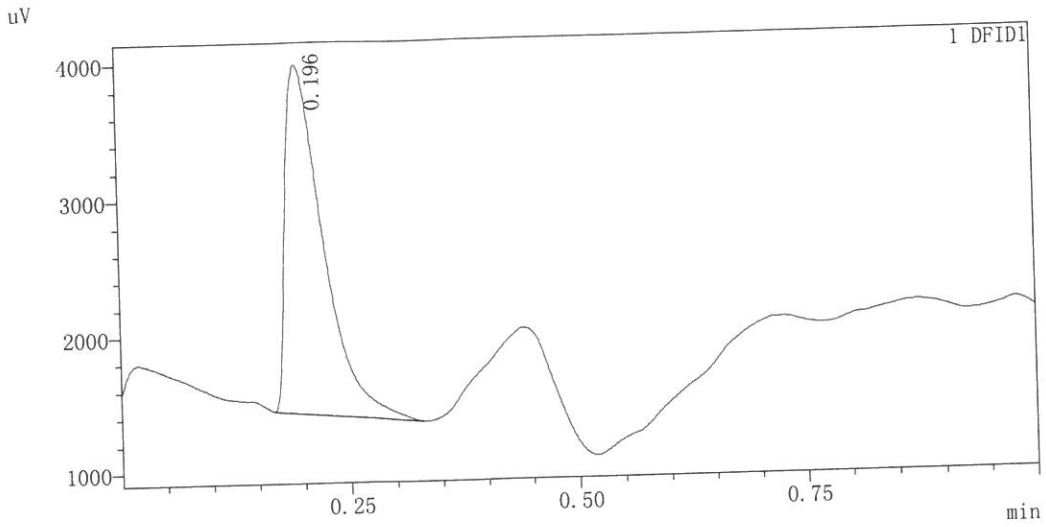
色谱图



峰表						
峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标识
1	0.197	651028	211229	87.757	mg/m3	M
总计		651028	211229			
化合物名						
甲烷						

图 2 高浓度标气含量

色谱图



峰号	保留时间	面积	高度	浓度	浓度单位	标识
1	0.196	7278	2553	0.538	mg/m3	
总计		7278	2553			

化合物名
总烃

图3 高浓度标气之后空白含量

由实验结果可知，在一定的色谱条件下，管路冲洗可以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岛津 GC-2014 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。

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、样品的重复性达到标准要求。

结论：满足非甲烷总烃要求

刘厚明

11.5.22