

空气中痕量挥发性有机物质气相色谱分析方法（二）

简介：

随着固定或移动排放源的增加, 空气中挥发性有机物质 (VOCs) 的浓度不断提升, 很多物质可作为臭氧层形成前提物质对人体健康产生有害的影响, 所以空气中 VOC 的检测至关重要。

EPA TO-14 给出了空气中 ppb 级别 VOCs 样品的测定方法, 为了达到合理的定量浓度需要对空气样品在-150°C下玻璃珠上预富集浓缩。然后浓缩后的样品解析下来随载气进入毛细色谱柱分离, 最后经 ECD 和 FID 进行测定。

该系统为集成、紧凑化的冷却浓缩系统, 通过选配气流流路选择阀在无人操作情况下, 自动分析高达 16 种样品 (样品、空白样或者标准混合样品)。

系统配置：

图 1 为系统流路图, 其中主要包含：

1/8 不锈钢金属管；

玻璃珠 (60-80 目) 可变温热解析仪

含或不含样品引入口的样品阀；

BR-624 毛细色谱柱, 30m×0.32mm×1.8um；

ECD 和 FID 检测器；

电子流量控制；

可选气流选择阀；

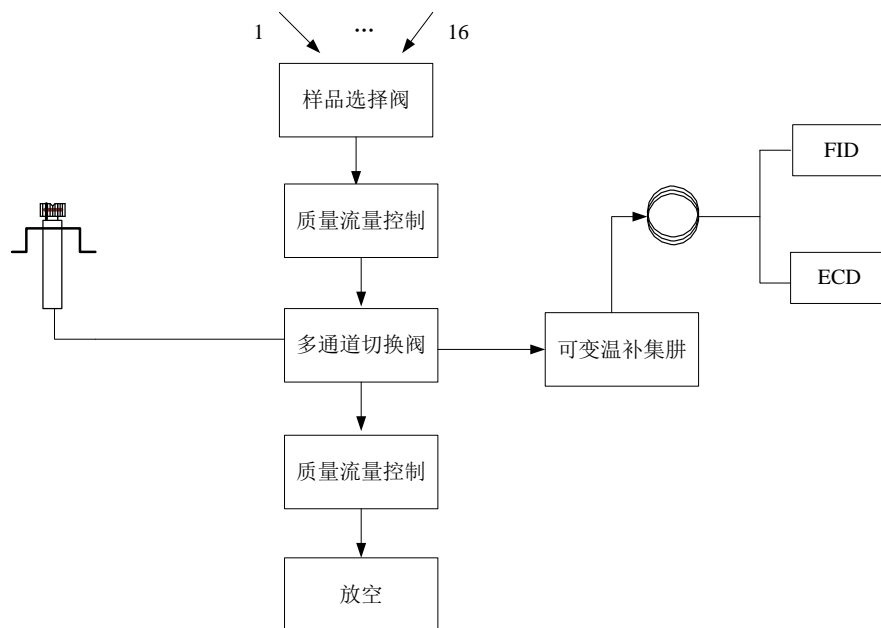


图 1 系统流程图

系统的核心为如图 2 所示的热解析系统，不但可以控温而且可以根据气相色谱设定的方法对玻璃珠补集阱进行程序升温， $-190^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$ ，该热脱附系统采用液氮作为冷却剂，进样口和柱温箱可以相互独立控温。

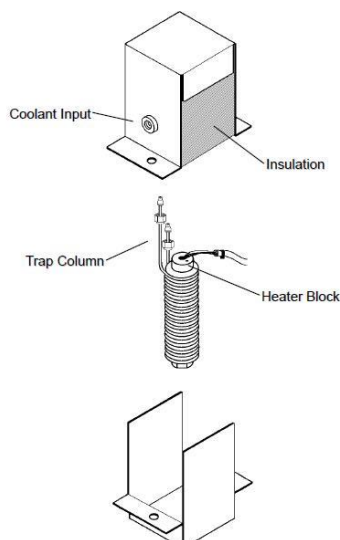


图 2 可变温吸附阱系统

气体样品阀将样品及载气、或者标准气体导入到分析系统，经 BR-624 色谱柱洗脱后经过 Quick-Seal 分流系统到 ECD 和 FID 检测器进行分析。

分析方法：

首先用气体样品对样品及标气管路进行冲洗，样品可以通过不锈钢管或者聚氟乙烯采样袋引入。在进样口顶部标准样品及样品在-150℃下被补集。补集阱的使用寿命受补集时间（气相色谱程序升温方法）及补集的样品体积有关系。通过质量流量计控制样品流经补集阱的流速恒定（一般40ml/min）。

当固定量所选溶剂吸附到补集阱后，需要升温到120℃同时载气进行反吹到色谱柱进行分离并通过检测器进行检测。整个过程无需干燥设备，即使空气中含有水分。

结果与讨论：

图3为浓度为0.2ppb~5ppb标准样品分析色谱图；

图4为引入50-1000ml标准气体系统回收率结果图，在所选体积范围内校正因子恒定（%RSD）；

体积样品校正因子的准确度表面回收率和溶剂响应成线性，可通过简单调整流经热脱附系统气体的体积可拓宽VOCs检测浓度范围，400ml标准样品分析面积重复性RSD值在0.9-6%之间。

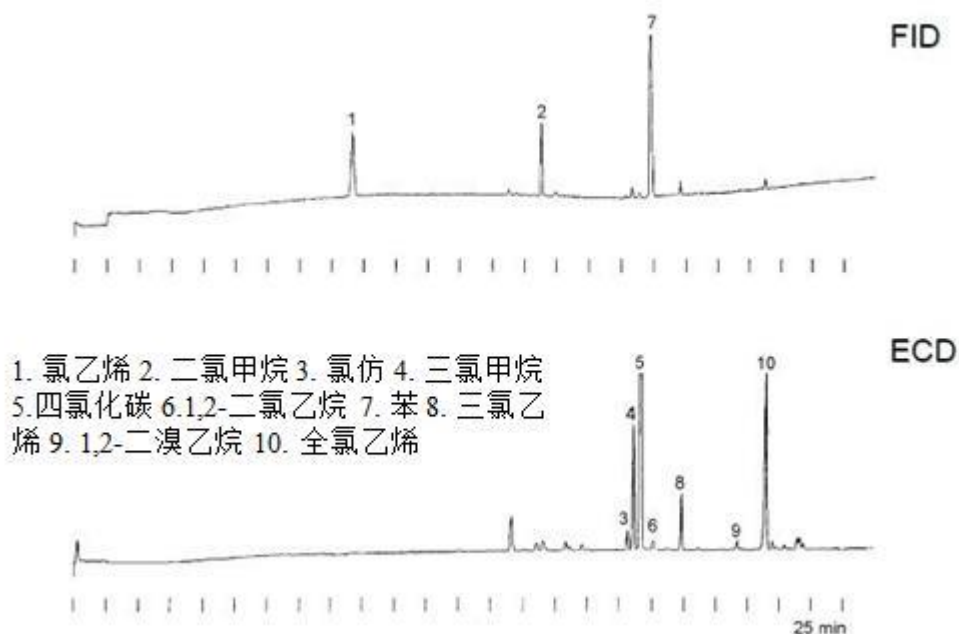


图3 400ml 标准样品色谱图

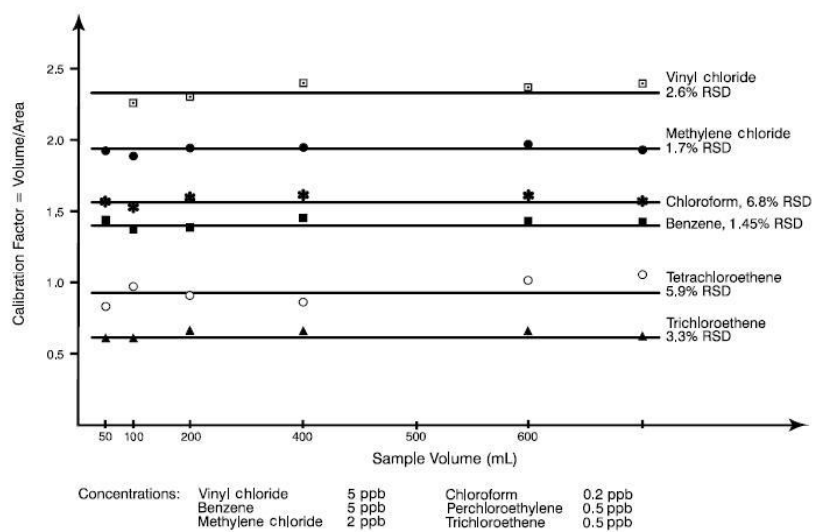


图 4 线性回收率图

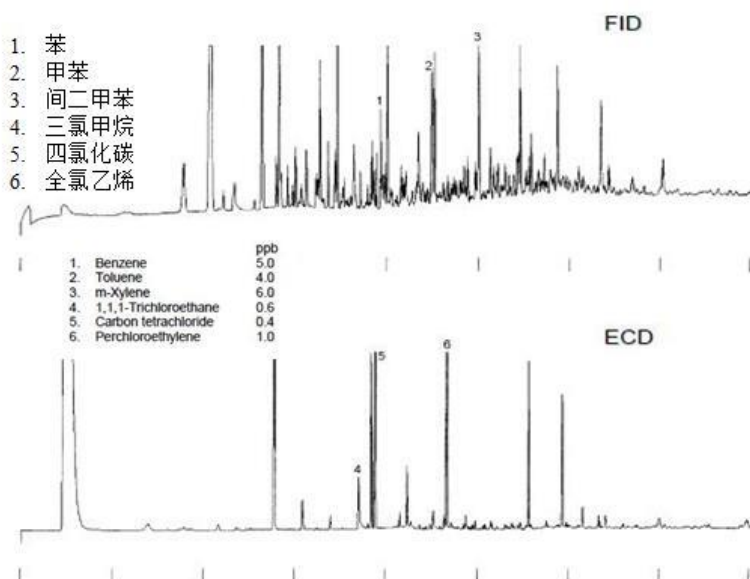


图 5 400ml 新装修房子附近气体分析色谱图

参考资料

EPA TO-14A-1999, Determination of volatile organic compounds (VOCs) in ambient air using specially prepared canisters with subsequent analysis by gas chromatography