

## 环境微量气体在线热脱附（SPT）分析方法

### 0 前言

多年以前 SCION INSTRUMENTS 就已经在市面上推出气相色谱预浓缩装置 SPT：Sample Pre-concentration Trap。且最早可以追溯到瓦里安时期，近期 SCION 又对原有设备进行了优化升级，不但保留了原有设计的优势，而且操作和使用更加便利。

大气中大多数的有机排放物主要来源于汽车尾气、工厂排放、自然过程、垃圾填埋或污染物排放等，这些排放物在一般浓度都比较低，但长期暴露于这种环境下会对人体产生伤害。因此对于这也有害物质质量的排放国家都有明确规定，正是由于这些气体一般浓度较低，所以检测前都需要进行样品的预浓缩，将样品浓度浓缩到检测器检出限范围内。

市面上的绝大多数浓缩装置都是一个独立仪器，如热脱附仪等，通过金属管线或者石英管线相连接，数据通过 input 及 remote 控制线进行传输，需要受外部设备或计算机控制，且整个设备需要一个独立的放置空间。

SCION 一体化 SPT 浓缩装置与传统的浓缩装置相比具有明显的优势：

- ◆ 一体化设计，浓缩设备和色谱柱可直接连接；
- ◆ 更小的死体积；
- ◆ 自动化控制采样泵及流速；
- ◆ 全自动控制，软件设置可完成全部操作；
- ◆ 所有部件源自同一供应商，服务更方便；

### 1 仪器与方法

#### 1.1 仪器

气相色谱仪：SCION（赛里安）456-GC 主机、毛细进样口一个、FID 检测器一个、Compass CDS 软件；

取样方式：气体可采用惰性化采样罐、采样袋或者用采样泵直接将室内或室外样品采集到实验室，然后采用 SPT 吸附或冷阱浓缩几分钟。通过气体的体积可以从几毫升到几升不等，最终体积可由软件直接控制，一般进样体积为 50mL-150mL 之间。

进样：样品吸附后，关闭 SPT 管路的流量情况下升温到脱附温度，将吸附的物质解析下来，随后切换流路通入载气，样品被吹送到毛细色谱柱进行分析。

可根据待分析物质选择色谱柱，一般选择甲基聚硅氧烷、非极性色谱柱进行分析，但当样品中存在一些苯系物需要分析时，可选择极性色谱进行分析。

捕集阱本身可以选择各种不同的单一填料或复合填料，SCION 色谱专家会帮助你选择最适合您的色谱吸附材料，优化您的分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 食品级 CO<sub>2</sub> 中低浓度硫化物分析

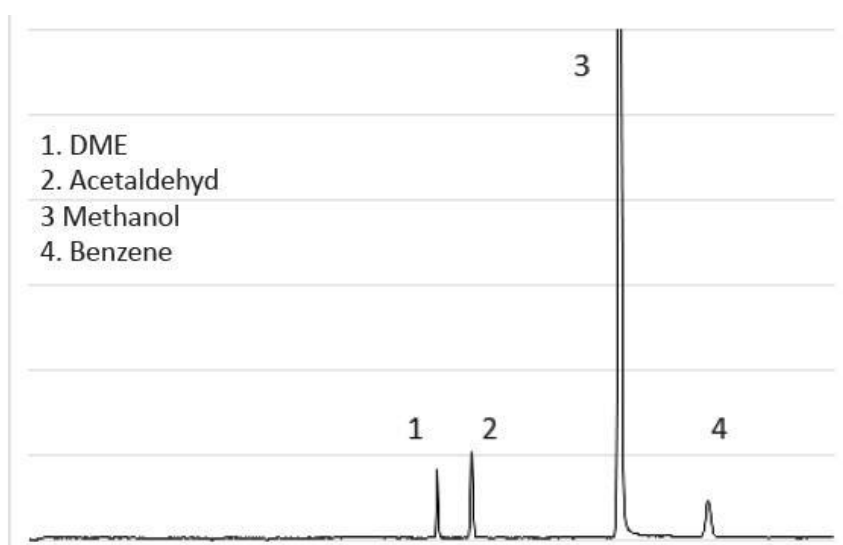


图 1 食品级 CO<sub>2</sub> 种杂质

CO<sub>2</sub> 是非常重要并广泛应用食品原料，CO<sub>2</sub> 的质量对于客户满意度至关重要。食品和饮料企业常用的 CO<sub>2</sub> 一般为工业生产的副产物，在生产、运输和储藏过程中容易被污染从而对口味和气味产生影响，因此质量控制和减小杂质含量是气体质量控制的重要环节。

图 1 为二甲醚、乙醛、甲醇和苯在 WAX 色谱柱上的分离色谱图，捕集阱吸附材料为 TENAX-GR SPT TRAP。

	DME	Acetaldehyde	MeOH	Benzene
run 1	0.170	0.295	16.044	0.027
run 2	0.168	0.298	16.214	0.027
run 3	0.171	0.298	16.345	0.027
run 4	0.175	0.303	16.607	0.028
run 5	0.170	0.291	16.479	0.027
Mean	0.171	0.297	16.338	0.027
Std Dev	0.00	0.00	0.20	0.00
Rsd%	1.25%	1.36%	1.21%	1.02%

表 1 食品级 CO<sub>2</sub> 中部分杂质分析结果，ppm

检测浓度对于 DME 和乙醛可以达到亚 ppm 级别，甲醇为 15ppm、苯最低可达 30ppb；重复性在 1%-1.25%之间，总运行时间为 4min。

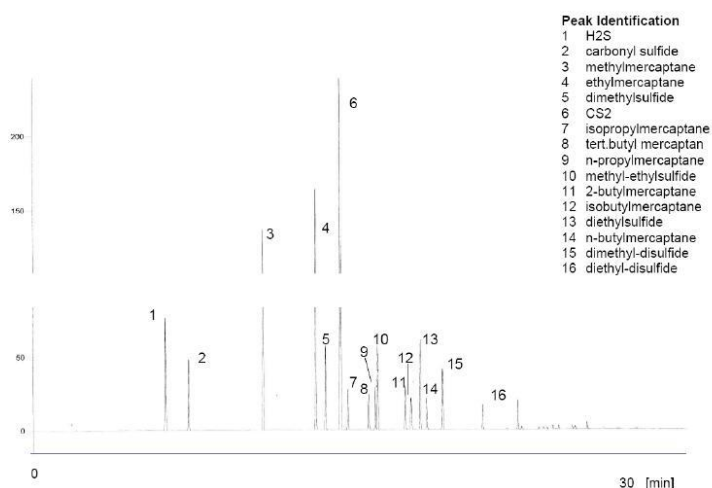


图 2：20ppb 低浓度硫化物分析

图 2 为 CO<sub>2</sub> 中多种低浓度硫化物分析色谱图，补集阱为玻璃微珠，检测器采用 PFPD 检测器。

图 1 和图 2 表明，选择合适的捕集材料和分析条件后，采样 SCION 预浓缩装置可得到较好的分析效果，物质检出浓度完全可满足检测标准的要求。

## 2.2 空气中的苯系物分析

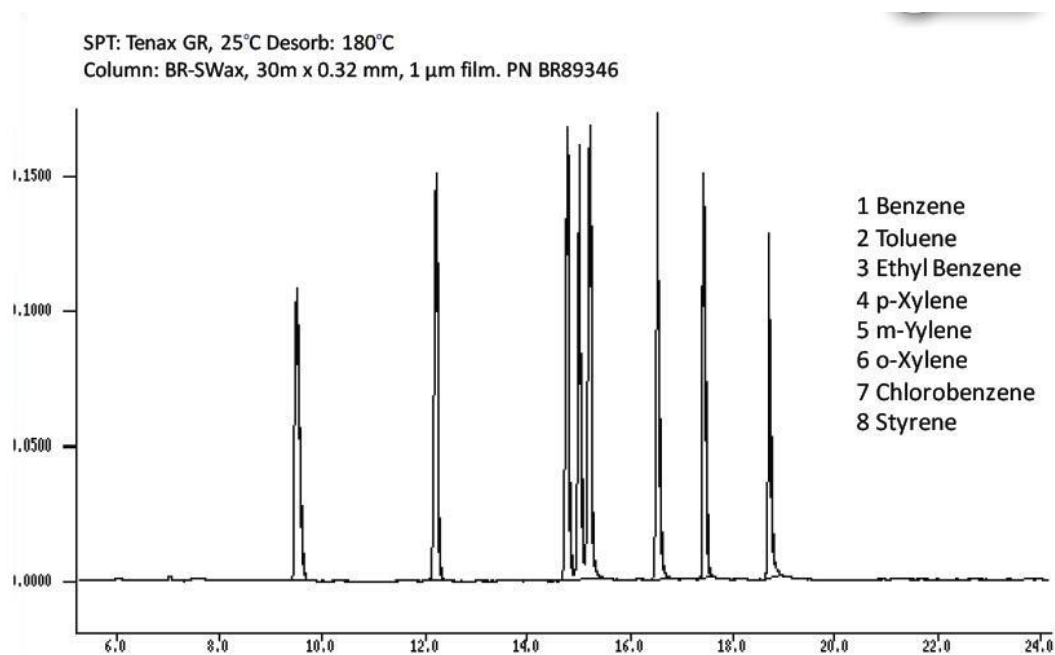


图 3: 苯系物分析色谱图，20ppbv

苯、甲苯、乙苯和二甲苯的三种异构体一般称之为苯系物，这些物质主要来源于工业生产过程及废气排放，欧洲环保部设定的允许暴露值分别为苯 3ppb、乙苯 60ppb、甲苯 80ppb、二甲苯 50ppb。这些低浓度物质的检测对人体健康至关重要，而且必须采用预浓缩的方式。

图 3 吸附材料为 Tenax GR，分析物质采样极性色谱柱进行分析，可实现对苯系物的完全分离。

### 3 结论

SCION 推出的 SPT 预浓缩装置是一个非常高效的低浓度污染物浓缩分析装置，分析容量大，不但可分析环境常规浓度组分，也可分析高纯气体纯度。该设备完全安装于色谱仪内部并可采用 CompassCDS 软件进行一体化控制，占用空间小、易维护。

对于 SCION 气相色谱仪，我们不但可以控制浓缩过程，而且还可以根据你的需求选择不同的吸附材料，保证分析的可靠性和准确性。