



双通道气相色谱法测定污染源废气中的非甲烷总烃

王 芳¹ 张 兵² 吴 华²

(1. 北京市顺义区环境保护局环境监测站; 2. 安捷伦科技(中国)有限公司)

非甲烷总烃(NMHC)指除甲烷以外挥发性碳氢化合物(其中主要是 C2—C8)的总合,长期以来一直是环境空气监测的一项重要指标,我国《大气污染物综合排放标准》GB16927—1996 规定非甲烷总烃的厂界浓度标准为 4 mg·m⁻³,《固定污染源排气中非甲烷总烃的测定 气相色谱法》HJ/T 38—1999 描述了具体的检测方法^[1].本文考察了安捷伦双阀双柱气相系统的使用效果,实现了环境空气及污染源废气中非甲烷总烃的快速准确测定.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:安捷伦 7820A 气相色谱仪配置双气体进样阀(bypass 分流不分流进样口)及双氢火焰检测器;

标准气:以空气为底气的甲烷标准气(20.6×10⁻⁶ mol·mL⁻¹,即 10.8 mgC·m⁻³国家标准物质研究中心),以氮气为底气的甲烷标准气(20.2 × 10⁻⁶ mol·mL⁻¹即 11.0 mgC·m⁻³,环境保护部标准样品研究所),无烃空气(O₂/N₂ = 21.15%,国家标准物质研究中心);

采样器:100 mL 气密注射器

1.2 实验方法

对样品在气相色谱仪上进行分析,以保留时间定性,峰面积定量.以氮气为载气测定总烃时,总烃的峰中包括着氧峰,气样中的氧产生正干扰.在固定的色谱条件下,一定量氧的干扰是固定的,故采用除烃空气作为空白,从总烃峰中扣除,以消除氧的干扰.文中总烃、甲烷及氧气干扰均以 mgC·m⁻³计,A 通道代表前部信号代表,B 通道代表后部信号^[2-5].

(1)逐级稀释以空气为底气的甲烷标气,注入 A 通道分析,建立 A 通道甲烷校正曲线.

(2)逐级稀释氮气为底气的甲烷标气,注入 B 通道分析,建立 B 通道总烃校正曲线.

(3)将脱烃空气注入 B 通道分析,利用 B 通道总烃校正曲线校正得到氧气干扰峰含量,进而得到 A 通道氧气校正曲线.

(4)将实际样品同时注入 A、B 两个通道分析,B 通道总峰面积校正得到总烃含量,减去 A 通道甲烷峰面积校正得到的甲烷含量,再减去 A 通道氧气峰面积校正得到的氧气干扰,即是样品中的非甲烷总烃含量.

1.3 色谱条件

色谱柱:A 通道(甲烷柱):安捷伦气相填充柱,80—100 目 Porapak Q,6Ft × 1/8" × 2.0 mm UltiMetal(部件号 G3591-81013).B 通道(总烃柱):安捷伦气相填充柱,60—80 目玻璃微球,1 m × 1/8"OD × 2.0mm UltiMetal(部件号 G3591-81178)

进样口:150 ℃,恒压模式(A 通道 26 psi,B 通道 10 psi);载气:氮气;柱温:80 ℃;FID 检测器:250 ℃,氢气 40 mL·min⁻¹,空气 400 mL·min⁻¹,尾吹气 5 mL·min⁻¹,进样量:1 mL 气体定量环.

2 结果与讨论

2.1 校正曲线与检出限

以高纯氮气为底气逐级稀释甲烷标准气,进行 5 个点的曲线回归,其中以空气为底气的甲烷标气及稀释气进入 A 通道,以氮气为底气的甲烷标气及稀释气进入 B 通道.A 通道在 0.67—10.8 mgC·m⁻³浓度范围的相关系数为 0.99710;B 通道在 0.688—11.0 mgC·m⁻³浓度范围的相关系数为 0.99994.以信噪比 3 所对应的甲烷浓度计算,甲烷和总烃的检出限分别为 3.14 × 10⁻² mgC·m⁻³和 2.24 × 10⁻² mgC·m⁻³.

2.2 精密度实验

取甲烷标气连续进样 4 次,A、B 通道甲烷峰面积相对标准偏差分别为 1.1%和 0.8%.

2.3 样品分析

图 1 为甲烷标准气谱图,图中甲烷、氧气在 Porapak Q 柱、总烃在玻璃微球填充柱上的分离良好、峰形对称.除了优异

的填装工艺,UltiMetal 填充柱管材内表面采用先进的超高惰性去活,这些技术保证了更好的柱效和峰形,有益于长期应用各组分的准确定量.

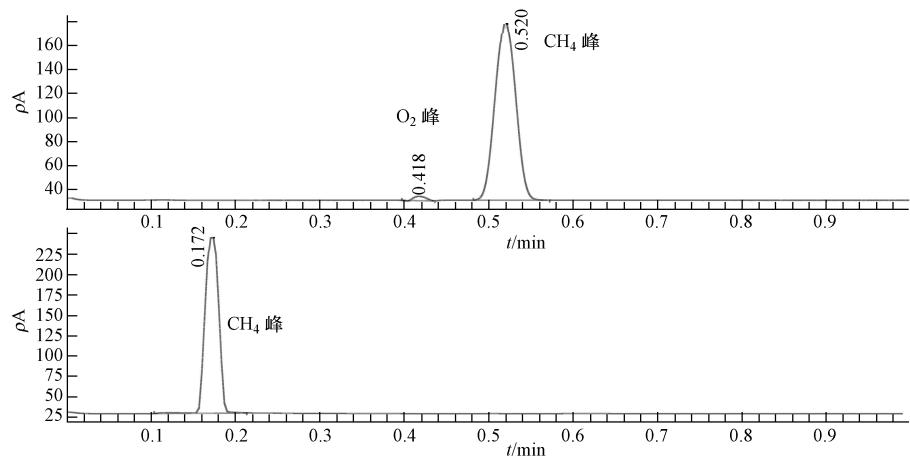


图1 甲烷标气谱图

A 通道:以空气为底气的甲烷标气 10.8 mgC·m⁻³;B 通道:以氮气为底气的甲烷标气 11.0 mgC·m⁻³

利用上述建立好的方法和标准曲线测试某实际样品(如图2),校正后的样品中总烃、甲烷、氧、非甲烷总烃含量见表 1.

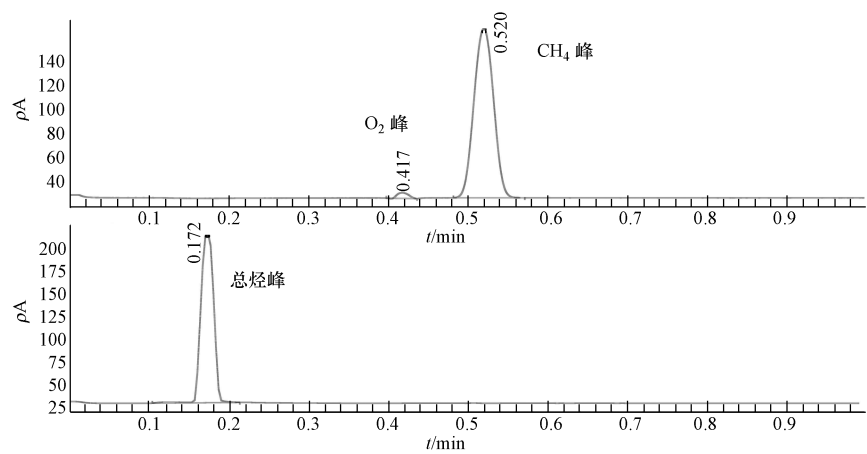


图2 样品谱图

表 1 校正后的样品中总烃、甲烷、氧、非甲烷总烃含量

项目	保留时间/min	峰面积	测定浓度/(mgC·m ⁻³)
总烃	0.172	210.5	9.67
氧	0.418	3.9	0.38
甲烷	0.520	187.3	8.41
非甲烷总烃	—	—	0.88

3 结论

本实验采用双阀双柱系统检测大气中的非甲烷总烃,双通道方法允许一次进样同时获得两组标样数据,样品一次进样同时获得总烃和甲烷的数据,方法快速有效;安捷伦的 Porapak Q 和玻璃微球填料填充柱为总烃、甲烷和氧气定量提供了良好的分离和峰形,有利于方法长期应用的准确性和稳定性.

参 考 文 献

[1] HJ/T 38—1999.固定污染源排气中非甲烷总烃的测(气相色谱法)[S].
[2] 陈军,乐小亮,何娟.非甲烷总烃测定中若干问题的研究[J].中国环境监测,2013,29(5):129-131
[3] 黄文鑫,郭岩,黄宜耀,陈舒迟.气相色谱法测定非甲烷总烃的研究[J].广州化工,2013,41(11):181-183
[4] 白文涛.气相色谱法测定环境空气和固定污染源排气中非甲烷总烃方法探讨[J].科技创新导报,2010 No.13:151-152
[5] 魏新明,邹兵,姜素霞等.油库加油站作业场所中非甲烷总烃的测定[J].安全健康和环境,2011,11(12):20-23