

固定污染源废气中挥发性有机物的测定

摘要

本方法参考《HJ 734-2014 固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附 - 热脱附 / 气相色谱 - 质谱法》的测试方法，使用 CDS7550S 全自动热解析仪建立了固定污染源废气中挥发性有机物的检测方法。方法得到的挥发性有机物校准曲线 r 均在 0.996 以上，回收率为 93.6%~108.4%，RSD 为 1.2%~9.8%。都满足了 HJ734-2014 中相应的要求。

该方案使用的 CDS 7550S 全自动热解析仪具有采样管自动老化和干燥功能，使采样前的采样管老化变得非常便捷；干燥功能省去了使用单独老化仪老化和干燥采样管的工作，实现一机多用，提高实验效率。而且方法准确性好、精密度高、可以实现自动化的检测。

关键词：

热解析；HJ734-2014；固定污染源废气；挥发性有机物

1. 仪器设备

CDS 7550S 全自动热解析仪，莱伯泰科

GC- MS2010 气相色谱 - 质谱仪，岛津



2. 测试过程

2.1 样品分析方法

2.1.1 热脱附条件

表 1 热脱附实验参数

吹扫管初始温度 /°C	室温	聚焦冷阱初始温度 /°C	-5
干吹流量 (mL/min)	50	干吹时间 /min	5
吸附管脱附温度 /°C	270	吸附采样管脱附时间 /min	3
脱附流量 (mL/min)	50	聚焦冷阱温度 /°C	-5
聚焦冷阱脱附温度 /°C	250	冷阱脱附时间 /min	3
传输线温度 /°C	150	/	/

2.1.2 GC-MS 检测条件

色谱柱：MEGA-624ms 60m*0.25mm*1.40μm；

扫描方式：全扫描。

2.2 采样管自动老化

TUBE #	GC RUN	METHOD NAME	TUBE REST °C	TUBE DRY °C	TUBE DRY MINUTES	TUBE HEAT °C	TUBE HEAT MINUTES	TUBE COOL MINUTES	HEART CUT	TRAP REST °C	TRAP HEAT °C	TRAP HEAT MINUTES	SPLIT ENABLE	SPLIT %	TRAP CONDITION	VALVE OVEN °C	GC XFER LINE °C	PELLTER XFER °C	GC DELAY MINUTES
1	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
2	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
3	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
4	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
5	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
6	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
7	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
8	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
9	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
10	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
11	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
12	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
13	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
14	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
15	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
16	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
17	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
18	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
19	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0
20	-	老化	35	35	5.0	350	30.0	0.5	☑	-5	250	2.0	☐	50	☐	150	150	150	30.0

图 1 采样管自动老化序列表

7550S 具有采样管自动老化功能，使采样前的采样管老化变得非常便捷。自动老化功能使用也非常方便，只需要将采样管按规定方向放入样品罐中，然后如图 1 所示的老化序列设置老化温度、时间即可。一次最多可老化 72 根采样管。

2.3 校准曲线绘制

分别移取一定量的标准贮备液加到容量瓶中，并用甲醇定容至刻度，混合均匀，配制目标化合物浓度分别为 5、10、20、50、100μg/mL 标准系列。用微量注射器取 1.0μL 混标溶液注入老化好的空白吸附管，同时在吸附管中加入 1.0μL 内标使用液，1.0μL 4- 溴氟苯使用液，得到含量为 5.00、10.0、20.0、50.0、100ng 的校准系列吸附管，每根吸附管的内标含量均为 50ng。

将采样管直接放入样品罐中，样品罐有自密封效果，无需加装密封帽。分析过程种可通过仪器的干吹功来代替离线的氮气吹扫过程，省去挨个给采集管进行离线氮吹带来的麻烦。按照 3.1 样品分析方法从低浓度到高浓度依次测定，记录标准系列目标化合物和相对应内标的保留时间、定量离子的响应值。

3、实验结果

3.1 目标化合物的色谱图

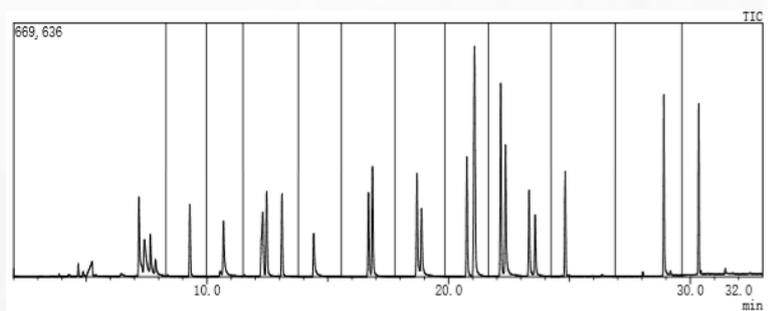


图 2 挥发性有机物标样色谱图

3.2 标准曲线结果

以目标化合物峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，用线性拟合建立校准曲线。

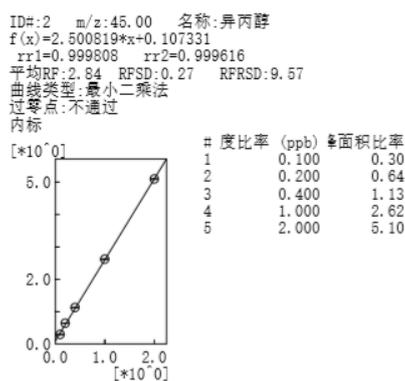


图 2 挥发性有机物标样色谱图

3.3 精密度及准确度结果

对浓度为 5ng、50 ng、100ng 的低中高三个浓度分别进行了 8 次平行测定，得到精密度和准确度结果。三个浓度点的精密度和准确度结果均满足 HJ 734-2014 中 10.1 和 10.2 规定的精密度 0.8%~36.1%，准确度 91%~122% 的要求。

4、方案特点

CDS 7550S 具有采样管自动老化功能，使采样前的采样管老化变得非常便捷；干燥功能省去了使用单独老化仪老化和干燥采样管的工作，实现一机多用，提高实验效率。

参考文献：HJ 734-2014 固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附 - 热脱附 / 气相色谱 - 质谱法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号

邮编: 101312

电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4

传真: 010-80486354

www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号