

OI 分析仪器公司的吹扫捕集样品浓缩仪 用于苯系物的分析 文章二

如何采用 OI 分析仪器公司的 Eclipse 吹扫捕集样品浓缩仪进行痕量苯系物的测定，如何设定吹扫捕集、气相色谱以及检测器的各项参数，下面的文章可以作为参考。

在 1998 年 1 月，马萨诸塞州的环境保护部公布了一个由于受到石油泄漏污染，分析土壤和地下水中的挥发性石油烃类物质（VPH）的新方法。方法最终修订本的执行日期为 2004 年 7 月 1 日。马萨诸塞 VPH 方法采用吹扫捕集（P&T）进行物质的萃取和浓缩，采用气相色谱（GC）的柱子进行物质的分离并且由保留时间（RT）进行识别，然后由串联式光离子检测器（PID）/火焰离子检测器（FID）进行检测和定量。PID 测量 C9 到 C10 的芳香族烃类物质和苯、甲苯、乙苯、二甲苯、甲基叔丁基醚和萘的浓度。在土壤萃取过程中需要使用高浓度的甲醇，在某些时候将干扰分析，为这个方法带来一定的困难。这份应用文章描述了整个分析条件，以最小化甲醇的干扰，并且得到的数据满足这个高性能方法的所有质量控制判据。同时还包括完整的仪器操作参数。

这套系统包括一台 OI 分析仪器公司的 Eclipse 吹扫捕集样品浓缩仪、4551A 型自动进样器和标准加入模块（SAM）或 4552 型自动进样器。因为这个方法需要测量每个样品的 pH，因此加入了 OI 分析仪器公司的 pH Express™ 模块。在分析过程中，Eclipse 的软件能够全自动地完成所有 pH 的测量。根据方法中的描述，气相色谱仪配置一根 Restek Rtx®-502.2 柱子和一台 OI 分析仪器公司的 4450 型串联式 PID/FID 检测器。图 1 显示了系统的所有装置，表 1 列出了仪器配置的所有操作参数。



图1 这套系统包括一台 OI 分析仪器公司的 Eclipse 样品浓缩仪、4551A 型自动进样器、SAM、pH Express 和一台配置了 4450 型串联式 PID/FID 检测器的气相色谱仪

表 1 仪器操作条件

参数	设置
吹扫捕集	Eclipse 样品浓缩仪
吹扫气体	氦气, 40mL/分钟, 20psi
捕集阱	#7, Tenax
样品温度	40°C (5mL 样品)
吹扫	11 分钟, 捕集阱温度 20°C
解析预热	开启, 捕集阱温度 180°C
解析	0.5 分钟, 捕集阱温度 190°C
烘焙	20 分钟, 捕集阱温度 210°C
水管理器	吹扫 110°C, 解析 0°C, 烘焙 240°C
吹扫固定块温度	40°C
测量 pH	是
六口阀温度	110°C
传输管线温度	110°C
自动进样器	4551A 型水样自动进样器或 4552 型水/土壤自动进样器
GC	Agilent 6890N
柱子	Rtx-502.2, 105 米, 0.53-mm 内径, 3 μm-膜厚

柱流量	氦气, 12.5mL/分钟, 恒流模式
入口	250°C, 分流模式, 分流比 2: 1 (40mL/分钟解析流速)
炉温程序	45°C (1 分钟), 3°C/分钟至 100°C (0 分钟), 8°C/分钟至 160°C (0 分钟), 20°C/分钟至 230°C (7.5 分钟), 总运行时间为 37.8 分钟
检测器	4450 型串联式 PID/FID 检测器
温度	230°C
尾吹气体	氦气, 17.5mL/分钟 (柱流量+尾吹流量=30mL/分钟)
PID 吹扫气体	氢气, 35mL/分钟
FID 燃烧气体	空气, 170mL/分钟

按照 40 CFR 136 附录 B 中的方法, 所有目标物质、烃类范围标记物和替代标准加标到七份试剂水中, 报告限值为 1.0ppb。样品在七天周期内进行分析, 计算每个物质和集团的平均浓度和标准偏差。采用标准 t 值为 3.14 进行计算。表 2 显示了 MDL 检测的结果。

表 2 方法检出限

目标物质	C_m (ppb)	标准偏差 (ppb)	MDL (ppb)
苯	1.18	0.05	0.14
甲苯	1.04	0.02	0.07
乙苯	1.02	0.03	0.08
间/邻二甲苯	2.02	0.04	0.13
对二甲苯	1.01	0.02	0.05
替代标准	C_m (ppb)	标准偏差 (ppb)	MDL (ppb)
2,5-二溴甲苯	0.89	0.06	0.19

详细的内容请参考中文应用文档编号 2222, “吹扫捕集分析挥发性石油烃类物质”。

OI 分析仪器公司
上海代表处
上海市龙华西路585号20层A-5室
电话: 86-21-64694129
电子邮件: jiangk@oico.com
网址: <http://www.oico.com.cn>

北京技术支持
电话: 86-10-85841680
电子邮件: jzhang@oico.com