

# 使用安捷伦微型气相色谱和样品浓缩仪快速分析低浓度苯系物（BTEX）

## 应用简报

微型气相色谱、移动测量、环保分析

### 作者

Coen Duvekot & Remko van Loon  
安捷伦科技有限公司  
Middelburg  
荷兰



### 摘要

在进样前对样品进行浓缩，可以大幅提高安捷伦 490 微型色谱的检出限。首先使用带有富集和解吸单元（EDU）的样品浓缩仪将样品吸附到多孔的介质中，然后将被吸附的组分解吸并转移进入到微型气相色谱进行分离和检测。本应用报告介绍了一种使用 EDU 样品浓缩仪分析 BTEX 的方法，可以将检出限提高 140 到 200 倍。



**Agilent Technologies**

## 前言

一般情况下，根据化合物和色谱柱的不同，TCD 检测器在安捷伦 490 微型色谱上的检出限通常在 1-10 ppm 范围内。在进入色谱前通过一个多孔的介质对样品进行浓缩，可以提高分析的检出限。样品中的分析组分被多孔介质吸附后，再对其加热解吸，最后转移进入到微型气相色谱实现分离和分析。

## 仪器、条件和样品信息

本应用使用的是配置单根色谱柱的双通道的 490 Micro 气相色谱。使用 EDU 进行样品浓缩和富集。仪器条件和样品信息参见表 1 和表 2。

- 安捷伦 490 微型气相色谱
- 4 m CP-Sil 5 CB 色谱柱
- EDU 样品浓缩仪
- Tenax TA 吸附管
- 安捷伦 EZChrom 3.3.2 软件控制气相色谱
- EDU 软件控制样品浓缩过程

表 1. 仪器条件

安捷伦 490 Micro 气相色谱	
色谱柱	CP-Sil 5 CB, 4 m
色谱柱温度	100 °C
载气	氦气, 150 kPa
进样口温度	110 °C
进样时间	255 ms
样品流模式	连续
微型气相色谱进样时间	优化为 7 s
样品传输线温度	110 °C

EDU — 样品浓缩仪	
传输气体	氦气, 85 kPa
上样	240 s, 450 mL/min, 30 °C
解吸	120 s, 180 °C
进样	30 s, 180 °C
吹扫	90 s, 220 °C
冷却	100 s

表 2. 样品信息

组分	浓度 (ppm)
氮气	平衡气体
苯	1.42
甲苯	1.46
乙苯	1.59
间二甲苯	1.63
对二甲苯	1.53
邻二甲苯	1.72
丙苯	1.38
异丁基苯	2.35
正丁基苯	2.79

## EDU 样品浓缩仪 — 操作原理

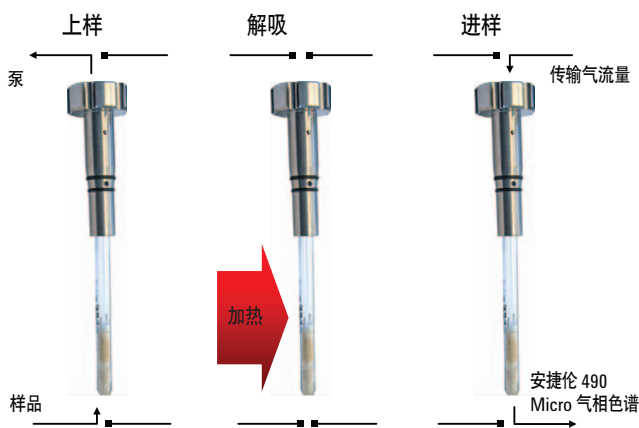


图 1. EDU 样品浓缩仪 — 操作原理

在上样过程中，通过一根加热的样品管线，在设定的时间和流量条件下将气体样品从容器（如 Tedlar 采气袋）或环境空气中泵入到吸附管中，如图 1 所示。下一步，解吸阶段，吸附管在“流量停止”模式下被加热。进样过程中，吸附管被设定在反吹模式下，同时载气通过加热的传输线将组分传递到微型气相色谱。为了吹扫仪器，在高温下通入零气体对吸附管进行淋洗。在冷却至设定温度后，仪器开始准备进行下一个样品的富集。

## 结果和讨论

使用图 1 和表 2 所示的仪器和条件获得的色谱图，见图 2。分离所有目标组分耗时仅需 3 min，不同运行间的间隔时间（包括 EDU 循环在内），大约为 10-12 min。

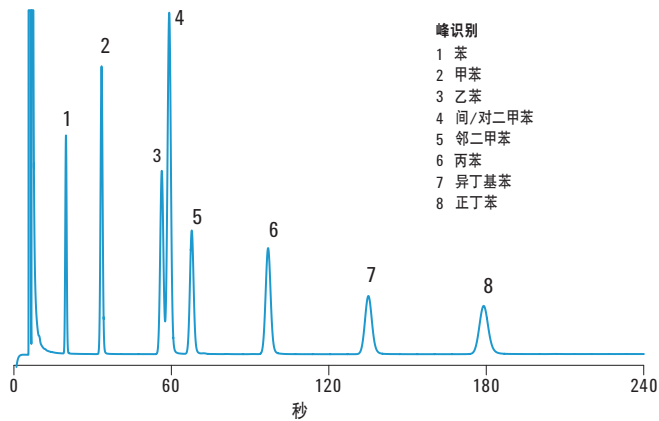


图2. CP-Sil 5 CB 色谱柱分离 BTEX 谱图

在每个应用中都需要对系统进行方法优化，需要特别注意的是：

- 样品从 EDU 样品浓缩仪到微型气相色谱的传输延迟时间
- 吸附管的吸附材料和吸附容量

图 3 所示为选定组分的峰面积与微型气相色谱进样时间的关系图。注意，在进样时间小于 4 s 时，微型气相色谱未检测到任何色谱峰。在 4 s 到 5 s 后，所有化合物都获得了最大的色谱峰，但 7 s 及 7 s 以后，加之方法的稳定性，个别组分峰形明显趋于平坦。

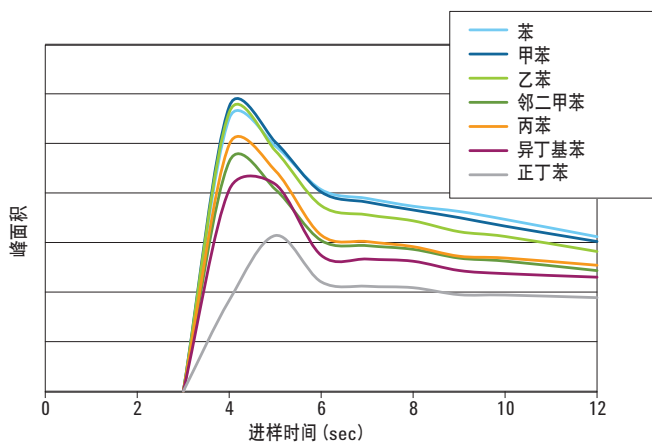


图3. 样品从 EDU 到 490 微型气相色谱传输时间

在本研究中，优化了的微型气相色谱进样时间为 7 s，进行重复性实验。图 4 为 30 次连续进样的重复性结果，RSD% 在 1.0% 到 1.9% 的范围内。发现在稍短的进样时间 (5s) 下形成的峰面积略高，但重复性也略差 (RSD 1.2% - 3.6%)。对大多数方法而言，分析者必须要权衡所期望的检出限水平和所需要的性能之间的关系。

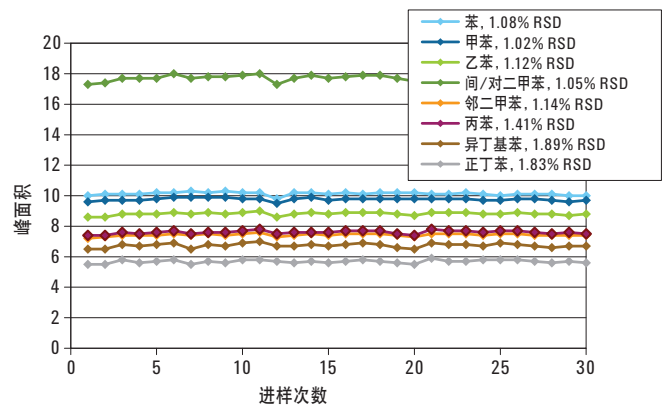


图4. 30 次连续进样的重复性结果

方法优化的另一个重要内容是确定吸附材料的吸附容量。为了评估该指标，将 1 ppm 样品以相同的速度 (450 mL/min) 分不同时间泵入到吸附管中，再以相同的加热温度和时间解吸进入到微型气相色谱，测定峰面积。如图 5 所示，穿透体积有很大的差别，范围从苯的 700 mL 到甲苯的 1400 mL，其他组分容量更高。

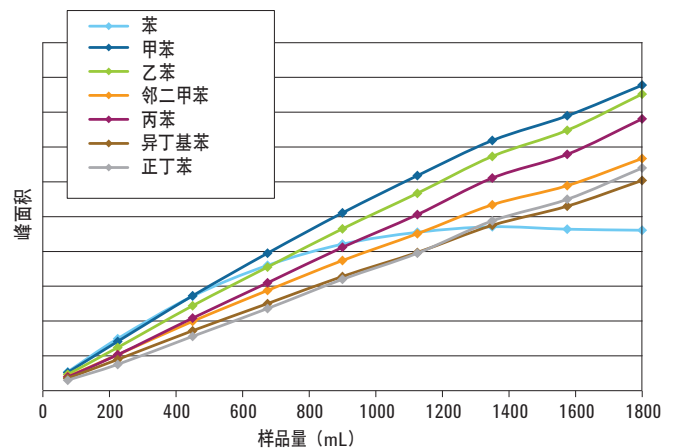


图5. 上样时间 — 吸附管的穿透体积

为了测定富集因子，比较了低 ppm 浓度的样品（1-2 ppm，见表 2）的直接进样和使用样品浓缩仪（总体积 1800 mL）进样的结果，图 6 为此两种进样的叠加谱图。

如表 3 所列，实际情况中不同组分的富集因子也不尽相同。苯的富集因子约为 150，在本文中是最低的，采样体积超过了吸附管的穿透体积。依此设置，通过直接进样和经富集浓缩进样的峰面积计算得到的富集因子范围在 150 到 240 间。浓缩进样检出限估算值在 4 到 7 ppb，而未经浓缩的直接进样，检出限为 1-2 ppm。

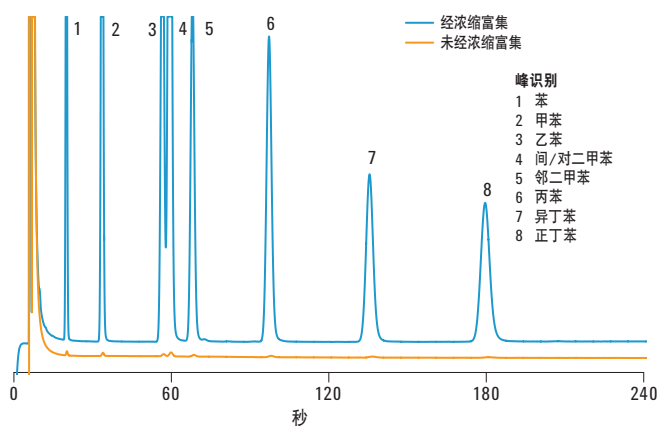


图 6. 1 ppm 浓度水平样品直接进样和经富集后进样的谱图叠加

表 3. 富集因子和估算检出限

组分	原始浓度 (ppm)	富集因子	估算检出限 (ppb)
苯	1.42	146	7
甲苯	1.46	237	4
乙苯	1.59	234	4
间/对二甲苯	3.16	243	4
邻二甲苯	1.72	192	5
丙苯	1.38	230	4
异丁苯	2.35	171	6
正丁苯	2.79	226	4

## 结论

本报告中的实验数据清楚地表明，在进样前对样品进行浓缩可以显著降低安捷伦 490 微型气相色谱对常规检测的检出限浓度。

EDU 样品浓缩仪和 490 微型气相色谱联用，为快速气相色谱分析提供了一个可以获得更低检出限的工具。根据被测组分和色谱条件的不同，富集因子可以高达 240 倍。本研究中，经浓缩后，某些芳香烃类化合物的检出限可以从 1-2ppm（未经浓缩）提高到 4-7 ppb 的水平。

重复性实验得到的峰面积的 RSD% 均低于 2%，这充分说明了系统卓越的稳定性和重复性。

安捷伦随时随地为您提供实验室品质的检测仪器。490 微型气相色谱和 EDU 浓缩仪小巧经济的组合为移动实验室进行低浓度的有机气体分析提供了理想的解决方案。

## 更多信息

此数据仅代表实验的典型结果。有关我们产品和服务的更多信息，请访问：[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)。

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012  
2012 年 7 月 19 日，中国印刷  
5991-0819CHCN