

Mars-400 Plus 便携式气相色谱-质谱联用仪吸附热解析法检测环境空气中苯系物

摘要:固体吸附/热脱附-气相色谱法是国内外推荐的监测空气中挥发性有机物的有力手段。本文介绍了采用 Mars-400 Plus便携式气相色谱-质谱联用仪分析环境空气中苯系物的现场检测方案。苯系物6种组分的分析时间 为3 min之内,其峰面积RSD小于10%,保留时间RSD小于1%。

关键词: 便携式气相色谱-质谱联用仪,吸附热解析,苯系物(BTEX)

简介

苯系物一般是苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、苯乙烯的统称,常可用作化学试剂、水溶剂或稀释剂,在家具制造等工业生产中广泛使用。苯系物是大气环境和许多污染源气体中最常见的化合物,与空气质量密切相关,主要来源于汽车尾气,油漆、涂料、农药、石油加工生产等企业排放的废水废气。苯系物对人体健康都具有危害作用,其中苯在 1993 年被世界卫生组织(WHO)确认为强烈致癌物质。在 GB/T 18883-2002《室内空气质量标准》、GB 16297-1996《大气污染物综合排放标准》等标准中对部分苯系物的含量均有限值。

苯系物的经典分析方法为活性炭吸附/二硫化碳提取的气相色谱法和固体吸附热解析气相色谱法。但前者分析灵敏度低,并且所用的二硫化碳中常含有不易去除的苯,在使用前需要对其纯化;后者虽灵敏度较高,但目前局限于实验室分析,常需借助采样装置多批次采样或一批次采多个样,检测周期长、操作复杂,难以满足应急监测现场对于数据的实时性需求。

为满足现场快速监测需求,聚光科技(杭州)股份有限公司经过创新研究推出的 Mars-400 Plus 便携式 GC-MS 联用仪,能够单人携带进入现场,基于固体吸附热解吸-GC-MS 分析方法,及时快速地对苯系物进行准确定性和定量检测:

- (1)利用手持式气体采样探头能快速便捷地对空 气中的苯系物进行采样,通过吸附热解析装置,对目 标组分进行有效地富集和热脱附。
- (2)结合低热容气相色谱柱(LTM),可以快速 有效地分离复杂的混合物质。
- (3)采用三维离子阱质量分析器和开发的一种专利的脉冲式内离子源技术,使系统能响应低浓度组分,满足了现场对于痕量气体的高灵敏度检测要求。

仪器配置

仪器: Mars-400 Plus 便携式气相色谱-质谱联用仪 色谱柱: DB-5ms LTM (5 m×0.1 mm×0.4 μm) 色谱柱 测量附件: 手持式气体采样探头

吸附热解吸装置填料: Tenax-GR

动态稀释系统:包括空气压缩机、零气发生器、气体 动态校准仪等

苯系物标准气体:购买自杭州新世纪混合气体有限公司,内含苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯 (浓度均为1 ppm)。

分析方法

表1色谱条件

项目	参数		
LTM 色谱柱升 温程序	50 ℃保持 1 min,以 20 ℃/min 的速率升温至 70 ℃,然后以 60 ℃/min 的速率升温至 220 ℃, 保持 0.5 min		
进样口温度	150 ℃		
传输线温度	150 ℃		
柱流量	0.2 mL/min(恒流模式)		
分流比	200:1		
色谱状态	采样 5.0 min,预解析 0.2 min, 解析 0.5 min,正向吹扫 5.0 min		

表 2 质谱条件

项目	参数
质谱扫描范围	40-300 amu
数据采集模式	FullScan
气质接口温度	150 ℃
离子阱温度	50 ℃

结果/讨论

快速分离效果



1 所示为 BTEX 的分离结果。由图可见,在 DB-5ms(5 m×0.1 mm×0.4 μm)LTM 色谱柱上,除同 分异构体间二甲苯和对二甲苯色谱峰重叠以外,其他 色谱峰得到了较好的分离。表 3 为使用 NIST 库检索后 得到的这 6 种苯系物的定性信息, 从表中可以看到 6 种苯系物的匹配度都达到了80%以上。

该结果表明, Mars-400 Plus 结合手持式气体采样 探头能现场对空气中的苯系物进行采样、富集、热脱 附、分离和定性分析。相比实验室分析方法, 该方法 节约了采样及送样时间,能根据需求进行多次分析, 操作便捷,分析周期在 5 min 以内,满足现场快速定 性分析的需求。

色谱图

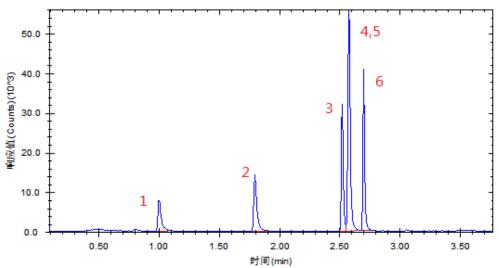


图 1 BTEX 标准气体在 LTM 色谱柱上的色谱图

(1.苯、2.甲苯、3.乙苯、4.5. 间二甲苯和对二甲苯、6.邻二甲苯)

表 3 苯系物质谱库检索匹配度

序号	苯系物	NIST 质谱库匹 配度(%)
1	苯	82
2	甲苯	84
3	乙苯	85
4,5	间/对二甲苯	80
6	邻二甲苯	87

线性和重复性

通过动态稀释系统,配置浓度为 5 ppb、10 ppb、 20 ppb、30 ppb、50 ppb 的 BTEX 混合标气,依次将不 同浓度的标准气体从低到高引入 Mars-400 Plus 进行分 析,每组浓度平行进样3次。记录不同浓度下各物质 的峰面积, 计算峰面积平均值。以浓度为横坐标, 各 物质平均峰面积为纵坐标作标准曲线,进行线性拟合, 计算得到各组分的相关系数(R²)和线性范围,见表 4, 从表中可以看出所有化合物的线性相关系数都大于 0.99。表 5 是重复 6 次分析浓度为 50 ppb 的 BTEX 混 合标准气体得到的重现性数据,从图中可看出,6种组 分的峰面积 RSD 小于 10%, 保留时间 RSD 小于 1%。

良好的线性相关性、峰面积和保留时间重现性保

证了空气中苯系物定量分析的可靠性。

表 4 BTEX 混合标准气体的方法线性

苯系物	校准曲线	相关系数 (R ²)
苯	y=0.0588x+0.4144	0.9950
甲苯	y=0.2505x+0.9609	0.9912
乙苯	y=0.4484x+0.9925	0.9967
间/对二甲苯	y=1.2151x+1.7039	0.9971
邻二甲苯	y=0.5445x+1.8349	0.9981

表 5 峰面积和保留时间的重复性

苯系物	峰面积 RSD(%)	保留时间 RSD(%)
苯	9.87	1.00
甲苯	7.46	0.55
乙苯	3.31	0.30
间/对二甲苯	4.20	0.26
邻二甲苯	9.40	0.20

结论

Mars-400 Plus 便携式 GC-MS 结合手持式气体采



样探头能现场对空气中的苯系物进行准确的定性和定量分析。该装置节约了采样和运输时间,及时快速地提供分析结果。采用脉冲式内离子源三维离子阱质量分析器,使仪器满足对低浓度组分的高灵敏检测要求。上述方法特别适合于现场空气和环境中苯系物的分析,分析周期在 10 min 以内,方法灵敏度、线性和重复性都满足现场分析要求。为环境保护、职业安全等领域苯系物的现场应急检测提供了理想的解决方案。