

# 吹扫捕集装置在测定地表水中挥发性有机物的最佳测试条件

卓海华, 郑红艳

(长江流域水环境监测中心, 湖北 武汉 430051)

中图分类号: X 830

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2005)05-0044-02

吹扫捕集法自 1974 年提出以来被广泛的用于地表水、地下水、饮用水和废水中挥发性、半挥发性有机物的检测<sup>[1]</sup>。吹扫捕集气相色谱联机有很好的方法检测限, 可以检测出浓度为 0.1 μg/L 的挥发性有机物, 但水样中这类有机物的含量通常是痕量级别<sup>[2]</sup>, 要做到准确测量, 需要仪器检测时的条件处于最佳, 现对吹扫捕集装置的性能、吹扫时间、解吸时间和解吸温度等条件进行选择。

## 1 实验

### 1.1 仪器

Tekmar 3100 吹扫捕集装置 (美国 Tekmar 公司); HP 5890 气相色谱仪 (美国惠普公司)。

### 1.2 工作条件

色谱柱: HP-624 30 m × 0.32 mm × 1.8 μm; 进样口温度: 200 °C; 进样方式: 分流进样; 分流比: 10:1; 载气: 高纯氮气 (99.999 %); 流量: 1 mL/min; 检测器 ECD 温度: 280 °C; 炉温: (初始温度) 45 °C; 温度升幅: 15 °C/min; 最终温度: 75 °C; 保持时间: 4.5 min。

吹扫捕集装置 (初始条件) 进样量: 5 mL; 捕集柱型号: Trap3#; 吹扫气: 高纯氮气, 恒流; 烘烤时间: 8 min。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器线性

分别移取 60.7 mg/L 氯仿标液 0.0 mL, 0.5 mL, 1.0 mL, 2.0 mL, 5.0 mL, 10.0 mL 和 20.0 mL 至 1 000 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀, 实验结果见表 1。

表 1 仪器线性实验结果

序号	取样量 V/mL	测定值 ρ/(μg·L <sup>-1</sup> )	保留时间 t <sub>R</sub> /min	峰面积 S/(pA·S <sup>-1</sup> )	减空白 S/(pA·S <sup>-1</sup> )
1	0.0	0.0	2.575	36 316	0
2	0.5	30.3	2.574	227 720	191 404
3	1.0	60.7	2.575	297 700	261 384
4	2.0	121.4	2.574	552 807	516 491
5	5.0	303.5	2.574	1 426 950	1 390 634
6	10.0	607.0	2.573	2 599 760	2 563 444
7	20.0	1.2 × 10 <sup>3</sup>	2.574	5 095 450	5 059 134

结果表明, 仪器线性方程:  $y = 0.000024 \times S - 9.461$ , 相关系数  $r = 0.9997$ 。结果显示, 仪器具有良好的线性。

### 2.2 仪器稳定性

使用 60.7 μg/L 的氯仿标液检测仪器稳定性, 在连续两天不同的时间段测试了 16 次, 仪器稳定性结果见表 2。

由表 2 可见, 通过对氯仿标液组分的保留时间、峰高和峰面积的平行性分析, 可以看出仪器稳定性较好。

### 2.3 吹扫时间影响

烘烤时间  $t_{\text{bake}} = 10 \text{ min}$ , 解吸时间 2 min, 解吸温度 225 °C。吹扫时间为 1 min, 2 min, 3 min, 5 min, 8 min, 10 min 和 12 min (实验中 3 种物质的浓度为氯苯: 262.94 μg/L; 溴仿: 40.70 μg/L; 甲醇为配置标准用的溶剂中引入。下同), 各物质的吹扫时间与物质峰面积的结果见图 1。

收稿日期: 2004-03-17; 修订日期: 2005-05-29

作者简介: 卓海华 (1978-), 男, 湖北安陆人, 助理工程师, 工学学士和管理学学士, 从事微量有机物分析。

表 2 仪器稳定性实验结果

测量次数	保留时间 $t/m\text{in}$	峰面积 $S/(pA \cdot s^{-1})$	相对偏差 $\%$	峰高 $h/pA$	相对偏差 $\%$
1	2 572	428 229	- 1. 45	74 881	- 1 24
2	2 572	465 455	7. 12	81 249	7 16
3	2 573	390 663	- 10. 10	68 326	- 9 88
4	2 574	418 830	- 3. 61	72 996	- 3 72
5	2 573	439 262	1. 09	76 966	1 51
6	2 573	421 010	- 3. 11	73 834	- 2 62
7	2 573	476 212	9. 59	82 562	8 90
8	2 573	477 503	9. 89	82 713	9 09
9	2 573	431 181	- 0. 77	75 446	- 0 49
10	2 576	434 966	0. 10	77 594	2 34
11	2 575	444 858	2. 38	77 751	2 55
12	2 575	430 072	- 1. 03	73 919	- 2 50
13	2 574	412 421	- 5. 16	71 975	- 5 07
14	2 574	423 470	- 2. 55	72 902	- 3 85
15	2 576	437 011	0. 57	76 315	0 66
16	2 575	421 718	- 2. 95	73 656	- 2 85
$\bar{X}$	2 574	434 535		75 818	
S	0 001 24	22 204		3 804	
RSD $\%$	0 05	5 11		5 02	

注:  $\bar{X}$  为平均值; S 为标准偏差; RSD 为相对标准偏差。

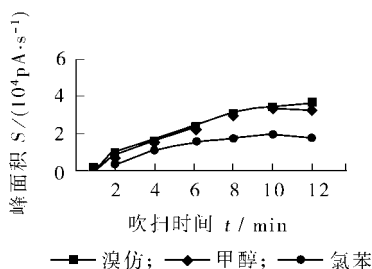


图 1 吹扫时间 - 峰面积曲线

由图 1 可见, 在 8 m in 以前, 各物质的峰面积随吹扫时间的增加而增加, 在 8 m in ~ 10 m in 之间, 上升趋势缓慢, 10 m in 后, 各物质的峰面积基本不随吹扫时间的增加而变化, 10 m in 时, 溶液中 3 种物质基本完全吹出。因此, 确定最佳吹扫时间为 10 m in。

#### 2.4 解吸时间影响

吹扫时间  $t_0 = 10\text{ m in}$ , 解吸温度  $225\text{ }^\circ\text{C}$ , 解吸时间为 1 m in, 2 m in, 4 m in, 5 m in 和 6 m in, 结果见图 2。

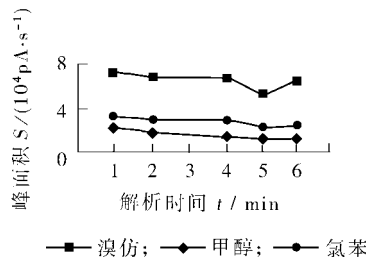


图 2 解吸时间 - 峰面积曲线

由图 2 可见, 各物质的峰面积不随解吸时间的增加而增加, 解吸时间对分析的影响不明显, 解吸时间为 2 m in 就能很好地满足实验要求。

#### 2.5 解吸温度影响

吹扫时间  $t_0 = 10\text{ m in}$ , 解吸时间 2 m in, 解吸温度为  $225\text{ }^\circ\text{C}$  和  $215\text{ }^\circ\text{C}$ , 结果见表 3。

表 3 解吸温度与各物质的峰面积

$T_D / ^\circ\text{C}$	$S_{\text{甲醇}}$	$S_{\text{氯苯}}$	$S_{\text{溴仿}}$
225	6 250. 9	64 356. 8	17 642. 9
215		60 234. 5	16 906. 7

吹扫捕集装置吸附柱的工作温度有一个上限, 且仪器推荐使用的最高解吸温度为  $225\text{ }^\circ\text{C}$ 。表 3 证了解吸温度为  $225\text{ }^\circ\text{C}$  时, 各物质的峰面积均大于解吸温度为  $215\text{ }^\circ\text{C}$  时的峰面积, 表明解吸温度越高 (在仪器正常工作允许的范围内), 解吸效果越好。

### 3 结论

当仪器性能良好, 稳定性和线性都处于最佳条件时, 适合作挥发性有机物检测。吹扫时间越长, 试样中挥发性组分被吹扫出越完全, 色谱图中对应的信号值越大, 且在  $t_0 = 10\text{ m in}$  时, 试样中挥发性组分完全被吹出。解吸时间对实验结果基本没有影响。在仪器性能允许范围内, 解吸温度越高, 解吸越完全。

#### [参考文献]

[1] 《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南 [M]. 下册, 北京: 中国环境科学出版社, 1997.  
 [2] 国家环境保护总局 《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 第四版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002.