

气相色谱法

作者：

Dawn May

Tracy Dini

PerkinElmer Inc.
Shelton, CT

针对柴油类有机物的 EPA 方法 8015C

引言

EPA 8015C 是一套用于确定各种无卤挥发性有机化合物、半挥发性有机化合物和石油烃的浓度的气相色谱法。在这份应用报告中，我们采用 Clarus® 690 GC 分析石油烃，特别是柴油类有机物（DRO）。Clarus 690 GC 采用宽量程氢火焰离子化检测器（WR-FID），WR-FID 所具有的大动态范围能够在单次色谱运行过程中检测高浓度和低浓度的分析物。TotalChrom® 色谱数据系统（CDS）软件将计算 nC10 和 nC28 之间的峰面积，从而准确地量化每个样品当中的 DRO 浓度。宽量程 FID 能够更灵敏地检测分析物，广泛地满足报告限度要求。

柴油类有机物 (DRO)

柴油类有机物存在于 nC10 至 nC28 的碳氢化合物内。我们大范围地分析了从 nC6 至 nC44 的已知 n- 碳氢化合物标准，由此确定保留时间 (图 1)。我们按照标准或特定的国家报告限度根据浓度绘制了 DRO 校准曲线。EPA 规定至少分析 % RSD ≤ 20% 的五点曲线。标准浓度应涵盖待分析的预期样品浓度，至少有一个处于或低于规定的报告限度。宽量程 FID 更大的动态范围能够在宽泛的浓度范围内继续满足方法标准。但是，超大的浓度范围和残留污染之间必有权衡。使用针状柱塞可以减少残留，从而提高性能。

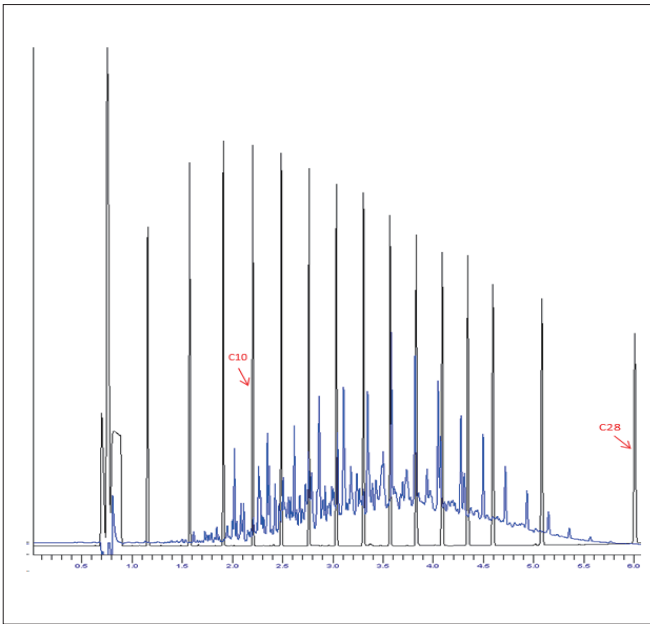


图 1. nC6 至 nC44 与 2# 燃油 (2500ug/ml) 的重叠

在这份应用报告中，我们采用以下方法 (表 1) 在 25、250、500、1000、2500 ug/mL 的浓度水平下生成五点曲线运行，得到的 % RSD 结果为 3.44%。% RSD 是曲线中各个水平下平均响应因子的计算结果。

运行曲线之前应确保一个干净的 GC 系统。运行溶剂空白，从而确认 GC 系统所含的污染物 (DRO 范围内的相关峰值) 不超过报告限度最低水平的一半。使用 Elite-1 15 m x 0.25 mmID x 1 um 柱，确定运行时间为 15 分钟。但是，可以使用替换的柱例如，珀金埃尔默公司 Elite-1 15 m .32 mmID, .25 umdf (部件编号 N9316017)，只需对方法稍作改进就能进一步加快运行时间。Clarus 690 GC 的典型冷却时间不到三分钟，还能预冲洗注射器，同时系统与之保持平衡，会减少连续进样的时间。

宽量程 FID 具有标准 FID 拥有的所有理想属性，能够成功测定 DRO。现在的宽量程 FID 具有更大的动态范围，能够检测出低浓度至高浓度的分析物。宽动态范围给了分析员更多信心来更准确地测定稀溶液。虽然最好是在曲线范围内分析样品，保持系统清洁度，但我们知道，出人意料的样品高浓度会在最不经意间偷偷出现。即使超出了曲线范围，宽量程 FID 也能向分析员提供真实的浓度，帮助分析员更加准确地判断重新分析所需的稀溶液。这样一来就能完全避免或至少减少运行多个稀溶液，使得样品介于被分析的曲线范围之内。

表 1. 用于 EPA 8015C DRO 分析的 GC 色谱法

自动进样口的设置	<ul style="list-style-type: none"> • 1.0 uL 进样 (二氯甲烷) • 进样速度正常 • 粘度延迟 0** • 预进样溶剂清洗 2 次 (二氯甲烷) • 进样后溶剂清洗 9 次 (二氯甲烷) • 预进样溶剂清洗 1 次
进样器的设置	<ul style="list-style-type: none"> • 载气气流, 3 ml/min, 氦气 (PPC), 保持 1.0 min, 然后 1.0 /min 至 4.0 ml/min, 保持 999.0 min • 分流方式 (30 ml/min) • 进样温度 = 275°C
柱温箱的设置	<ul style="list-style-type: none"> • 40°C, 1.0 min; 140°C /min 至 70°C, 保持 0 min, 105°C /min 至 115°C, 保持 0 min, 85°C /min 至 175°C, 保持 0 min, 55°C /min 至 300°C, 保持 0 min, 35°C /min 至 320°C, 保持 10 min。 • 烘箱平衡 = 1.0 min
FID 的设置	<ul style="list-style-type: none"> • 检测器温度 = 320°C • 空气 = 450 ml/min • 氢气 = 30 ml/min • 数据速率 = 6.25 pts/sec • 衰减 -6/ 时间常数 200

** 应根据您所分析的样品类型修改粘度延迟。粘度越大的样品，粘度延迟越高，从而确保样品被完全导入注射器。

可以在一个优化设置中使用衰减值，按照从最低浓度至最高浓度的顺序确保所有的峰值均可检测和成比例。64x 衰减设置能使分析员从可能的最低浓度到 7 个数量级的范围内进行分析，检测不到任何饱和检测器信号。如果希望样品是干净的，可以降低曲线范围，检测极低水平的 DRO。

结论

Clarus 690 GC 的宽量程 FID 具有更宽泛的新检测功能，配合已有的冷却时间属性能让分析操作在易用性、准确性和速度上实现一次大的飞跃。对于周转时间极快的用户，快速高效的结果对 DRO 分析至关重要。

参考文献

Method 8015C: Nonhalogenated Organics by Gas Chromatography, part of Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods (PDF) (36 pp, 313 K, February 2007)

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海张江高科技园区张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn

要获取我们全球办公室的完整列表，请访问 www.perkinelmer.com/ContactUs

©2017, PerkinElmer, Inc. 版权所有。保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。所有其他商标均为其各自所有者的财产。所有解释权归PerkinElmer。

013499_CHN_01 PKI



欲了解更多信息，
请扫描二维码关注我们的
微信公众账号