

气相色谱法快速分析水稻田排放温室气体

GC-182

摘要： 本文使用岛津气相色谱仪，多阀多柱分离技术，甲烷转化炉 (MTN) 和氢火焰离子化检测器 (FID) 以及电子捕获检测器 (ECD) 建立了 4 分钟内测定微量甲烷、一氧化二氮和二氧化碳等温室气体的快速分析方法。阀切技术和多通道同时使用避免了氧气和水对 ECD 的干扰也缩短了分析时间，本方法具有重复性和灵敏度良好，分析时间短，操作简单等特点。

关键词： 气相色谱仪 温室气体 一氧化二氮 二氧化碳 甲烷

水稻生长过程稻田排放的甲烷 (CH₄)，二氧化碳 (CO₂) 和一氧化二氮 (N₂O) 属于温室气体，CH₄ 和 N₂O 的温室效应要远远高于二氧化碳 (CO₂)，100 年期的全球变暖潜能 (GWP) CH₄ 和 N₂O 分别是 CO₂ 的 21 和 310 倍。稻米在为世界提供粮食的同时其生长过程排放的温室气体也影响着全球气候。

2020 年统计显示中国稻田面积大约为 30.35 百万公顷，是世界上第二大水稻生产国，其排放的温室气体量非常巨大。经过农业科学家的研究发现水稻生成过程通过优化田间管理和施肥调整是有效减少温室气体的排放，根据分析排放的温室气体浓度结果来指导田间作业被广泛使用。田间在线分析是一个不错

的手段，但观测点太过庞大，在每一个点都用在线分析设备也不现实。在一定区域内建立一个离线实验室，本区域内的各观测点容器采样后送回实验室，用气相色谱进行分析的方式被广泛使用，由于样品量大且还要及时反馈结果，这就对气相色谱仪的分析周期提出了很高的要求。

本文讨论的气相色谱分析方法能一次进样 4 分钟内完成水稻田排放气体中 CH₄、CO₂、N₂O 的分析，重复性和灵敏度表现优异，操作简单。能从时效性、经济性、准确度和可操作性各方面达到水稻田排放温室气体的分析要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro (配备 FID 和 ECD)

1.2 分析条件

载气：N₂，纯度 ≥ 99.999%

柱温：60°C

MTN：350°C H₂ 15 mL/min

APC-1：N₂ 100 kPa

APC-2：N₂ 180 kPa

APC-3：N₂ 180 kPa

进样方式：自动阀，50 μL，1.0 mL

MC-1：Hayesep-D 1.0 m × 1/8 in

MC-3：Hayesep-D 1.0 m × 1/8 in

备注：PC 为预柱，MC 为柱分析柱

FID 温度：200°C

ECD 温度：300°C

ECD 电流：1 nA

APC-4：N₂ 80 kPa

APC-5：H₂ 35 kPa

PC-1：Hayesep-D 1.0 m × 1/8 in

MC-2：Hayesep-D 1.0 m × 1/8 in

MC-4：Hayesep-D 1.0 m × 1/8 in

■ 标准样品

四川中测标物科技有限公司生成的标气：CO₂ 309.1 μL/L，CH₄ 19.8 μL/L，N₂O 5.03 μL/L，N₂ 平衡气。以此制作标准曲线。

■ 结果与讨论

3.1 标气色谱图

按 1.2 条件分析标准气体，FID 色谱图见图 1，ECD 色谱图见图 2。

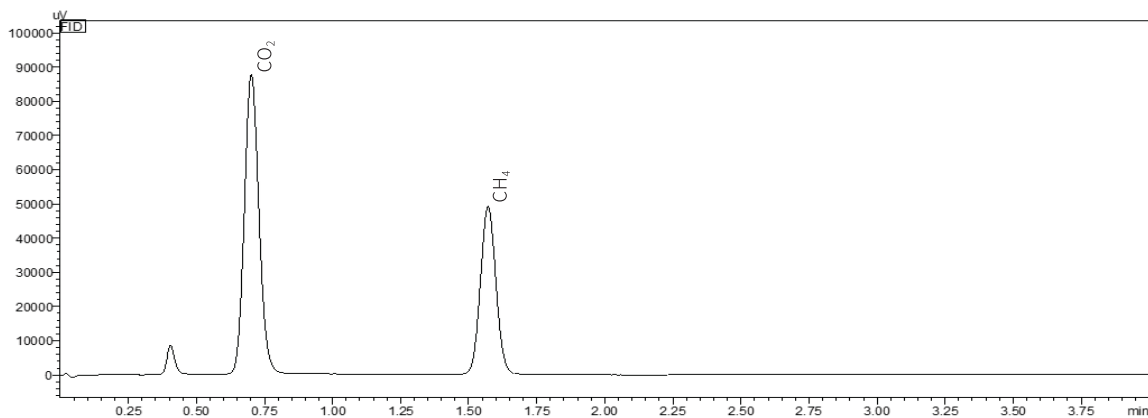


图 1 FID 色谱图

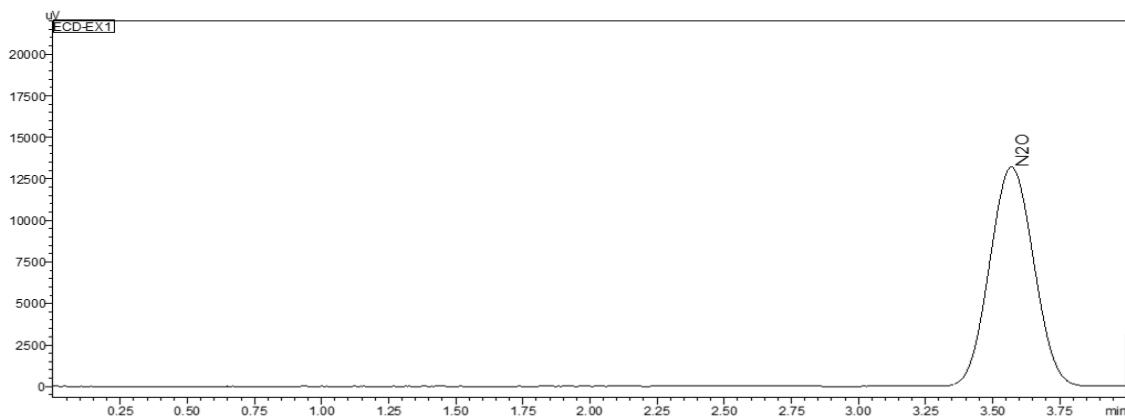


图 2 ECD 色谱图

表 1 组分名称、CAS 号以及保留时间

No.	中文名称	英文名称	CAS#	保留时间 (min)
1	二氧化碳	carbon dioxide	124-38-9	0.701
2	甲烷	methane	74-82-8	1.571
3	一氧化二氮	nitrous oxide	10024-97-2	3.570

3.2 实验重复性和检出限

以此标样连续进样 3 次，考察方法的重复性，实验测定结果见表 2。根据标准气体浓度，计算气体组分的检出限，如表 2 所示。

表 2 气体组分的峰面积重复性 RSD% (n=3) 及检出限

No.	中文名称	峰面积 RSD%	检出限 (μL/L)
1	二氧化碳	0.053	3.50
2	甲烷	0.012	0.15
3	一氧化二氮	0.656	0.03

■ 结论

本文建立了气相色谱法一次进样 4 分钟内完成水稻田排放温室气体的分析方法。分析结果表明：峰面积相对标准偏差优于 1%，重复性良好；重点关注的 CH₄ 和 N₂O 检测限分别为 0.15 μL/L 和 0.03 μL/L，分离度好、灵敏度高，还具有分析时间短，操作简单等特点。可依据此方法进行水稻田排放中气甲烷、二氧化碳、一氧化二氮的测定，同时本方法也适合大气温室气体、固定污染源温室气体的分析。

岛津应用云

