

室内空气中总挥发性有机物(TVOC) 检验方法的探索

傅 瑛¹, 王亦军¹, 张凤艳²

(1. 青岛大学 化学化工与环境学院, 山东 青岛 266071; 2. 青岛市产品质量监督检验所, 山东 青岛 266071)

摘 要: 使用 TVOC 混合标准溶液对气相色谱法检测室内空气样品中总挥发性有机物的方法进行了探索. 改进后的色谱分析时间为 26.1 min, 比 GB/T 18883-2002 方法(52 min)缩短了 25.9 min, TVOC 各物质峰分离度高于 99%, 检测精密度相对标准偏差在 1.05% 至 2.89% 之间, 回收率在 95% 到 102% 之间, 检出限为 0.020 μg .

关键字: 气相色谱; 总挥发性有机物; 色谱条件改进

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(2012)01-0047-10

多种具有挥发性有机化合物的混合物简称总挥发性有机化合物(TVOC). 联合国世界卫生组织将挥发性有机化合物(VOC)定义为在常压下、沸点为 50~260 $^{\circ}\text{C}$ 的各种有机化合物. 由于其单组份浓度低, 因此常用 TVOC 表示其总量^[1]. TVOC 大多数都有毒性, 其对人体危害主要包括: 散发不适臭味、引起炎症与过敏反应以及具有神经毒性等. 空气中多种 VOC 的存在也可能发生相互作用, 这样会对直接暴露在其中的人体健康带来更大危害^[1].

GB/T 18883-2002《室内空气质量标准》^[2]是国内针对建筑工程室内空气中总挥发性有机化合物(TVOC)的检测标准. 它适用于空气中 VOCs 浓度范围为 0.5~100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 之间的测定, 采用的色谱柱为非极性石英毛细管柱. 该国标方法能够很好分离 TVOC 混合标准品溶液中 7 种组分, 但其分析时间为长达 52 min. 为了提高工作效率, 本实验在国标方法的基础上, 通过改变色谱条件, 将分析时间缩短为 26.1 min, 而且其分析精密度和准确度均达到了国家对室内空气中 TVOC 分析的要求, 精密度相对标准偏差为 0.4%~2.8%, 总不确定度为 8.9%^[2].

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

GC-112A 型气相色谱仪: 配有 HW-2000 型气

相色谱工作站(上海千谱软件有限公司), 上海精密科学仪器有限公司生产; HD-D 型热解吸仪: 上海精密科学仪器有限公司生产; 毛细管色谱柱: OV-1, 50 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μm , 迪马公司制; TDP-1000B 型空气样品采样器: 北京联谊兴通设备有限公司.

1.1.2 试剂

浓度分别为 1.0 mg/mL(浓度 1)、0.1 mg/mL(浓度 2)、0.01 mg/mL(浓度 3)的 TVOC 混合标准品溶液(TVOC 组分分别为苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯、间二甲苯、乙酸丁酯、苯乙烯, 标准品溶液中的各组分浓度相同); 南京伽诺仪器仪表有限公司.

1.2 色谱分析条件

本文使用 0.25 μm 液膜厚度的 OV-1 非极性毛细管柱对国标方法进行改进, 只考察不同的柱箱升温条件对 7 种 TVOC 物质的分离效果.

仪器条件: 检测器温度 250 $^{\circ}\text{C}$; 热解吸温度 280 $^{\circ}\text{C}$; 分流比 30:1. 载气: N_2 (99.99%), 载气柱前压: 0.08 MPa.

改变柱箱初始温度、保持时间、升温速率, 分别进行探索, 共对 12 组条件进行了实验.

2 实验内容与结果

2.1 条件探索

探索 1: 采用一阶程序升温法, 只改变升温速率, 通过提高升温速率来缩短分析检测时间, 其他条

收稿日期: 2011-11-16; 修订日期: 2012-01-13.

作者简介: 傅瑛(1986-), 女, 在读硕士, 研究方向为分析化学方法应用. E-mail: 135wenling@163.com

通讯作者: 王亦军, 教授, 硕士生导师. Tel: 13864230991. E-mail: yijunwangqdu@163.com

件与国标相同。

柱箱:初始温度为 50 ℃,初始时间 10 min,升温速率 8 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 37 min. 其实验结果见图 1.

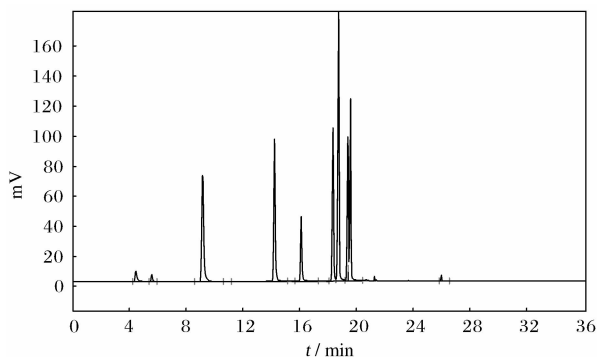


图 1 条件 1 谱图

Fig. 1 Chromatogram of condition No. 1

数据分析与思考:由图 1 可以发现,在提高升温速率后标准溶液中各物质均能正常出峰,且邻二甲苯出峰后,后续谱图杂峰较少,因此可通过适当提升升温速率来缩短样品分析时间. 在四连峰后可进一步提升升温速率. 但数据处理后,苯乙烯的分离度较低,应对实验方案继续改进.

探索 2:采用二阶程序升温法. 第一阶升温过程至四连峰完全走出,第二阶适当提高升温速率至终止温度,其他条件与国标相同.

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 10 min,一阶段升温速率 8 ℃/min,终止温度 150 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 20 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 30.5 min. 其实验结果见图 2.

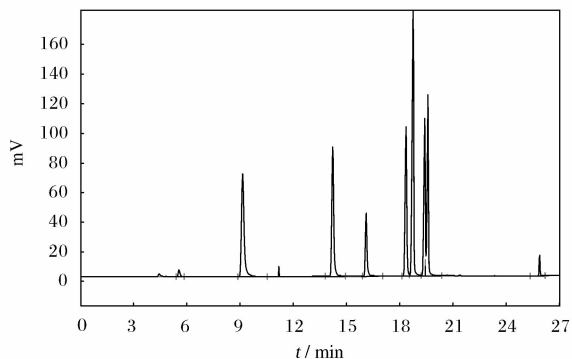


图 2 条件 2 谱图

Fig. 2 Chromatogram of condition No. 2

数据分析与思考:条件 2 的谱图与条件 1 的谱

图基本相同,而且表中主要标准物质的保留时间和分离度基本相同,这验证了二阶升温的可行性,但苯乙烯的分离度依然较低,温度影响物质在色谱柱中的停留时间,因此可以适当降低一阶段升温速率,来达到更好的分离效果.

探索 3:采用二阶程序升温法. 一阶段升温速率较条件 2 低,根据四连峰出峰时间,一阶段终止温度相应降低,其他条件与国标条件相同.

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 10 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 120 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 20 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 31.2 min. 其实验结果见图 3.

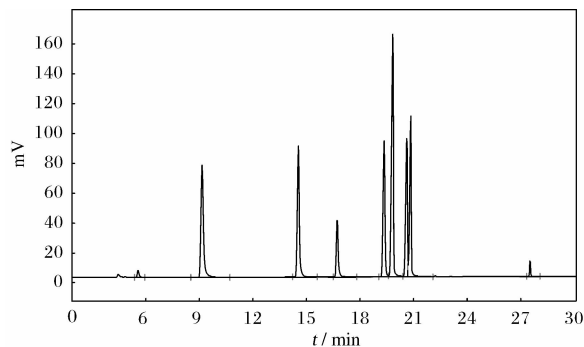


图 3 条件 3 谱图

Fig. 3 Chromatogram of condition No. 3

数据分析与思考:一阶段升温速率降低后,标准溶液中的各物质分离度有所上升. 二阶段出峰较少,二阶段升温速率可进一步提升,但当升温速率过大时对分析效率的提高无明显影响.

探索 4:采用二阶升温法,在条件 3 的基础上二阶段升温速率更改为 25 ℃/min,其他条件与国标条件相同.

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 10 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 120 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 29.9 min. 其实验结果见图 4.

数据分析与思考:数据处理后可知,苯乙烯在条件 4 下分离度依然达不到理论要求可尝试改变其他色谱条件. 二阶程序升温法可一定程度缩短 TVOC 标准溶液的分析分离时间,但实际样品中含有较多未知物质,若二阶段出峰物质较多时二阶段升温速率较高适用性不好.

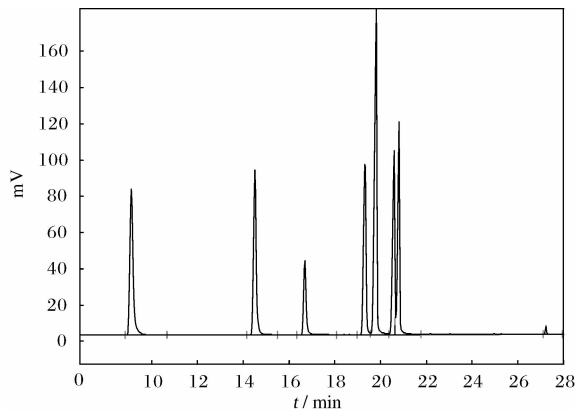


图 4 条件 4 谱图

Fig. 4 Chromatogram of condition No. 4

探索 5:采用二阶段升温法,在条件 4 基础上,二阶段升温速率改为 15 ℃/min. 其他条件同国标方法.

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 10 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 120 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 15 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 33.3 min. 其实验结果见图 5.

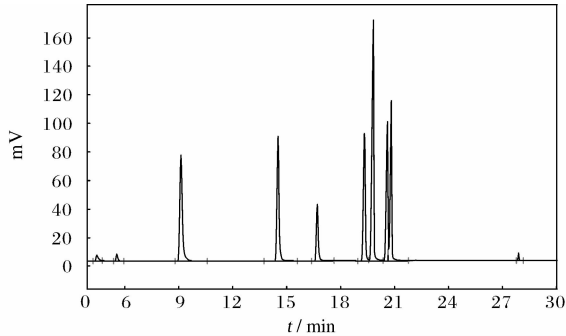


图 5 条件 5 谱图

Fig. 5 Chromatogram of condition No. 5

数据分析与思考:目前 TVOC 检测的物质,在本实验中主要集中在第一阶段出峰,因此二阶段升温速率大小,对 TVOC 主要物质检测影响不大,因此可先采用二阶段 25 ℃/min 进行后续色谱条件探索.

探索 6:采用二阶段升温法,一阶段和二阶段升温速率可采用条件 4 中使用的速率,然后再通过缩短初始时间,提高分析效率. 其他条件同国标方法.

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 120 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250

℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 24.9 min. 其实验结果见图 6.

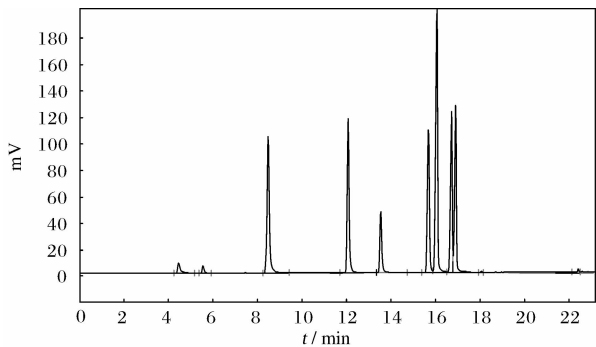


图 6 条件 6 谱图

Fig. 6 Chromatogram of condition No. 6

数据分析与思考:减少初始时间,使升温过程提前,各物质出峰时柱箱内的温度高于初试时间为 10 min 的对应温度,导致分离效果降低分离度减小. 一阶段升温结束时间为 16.7min,此时苯乙烯和邻二甲苯尚未出峰,且苯乙烯的分离效果较差,所以在较短初始时间下,可适当延长一阶段升温时间,来提高分离效果.

探索 7:采用二阶段升温法,在条件 6 基础上,设定较短初始时间,提高一阶段终止温度,确保四连峰在一阶段全部出峰,其他条件同国标方法.

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 140 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 27.4 min. 其实验结果见图 7.

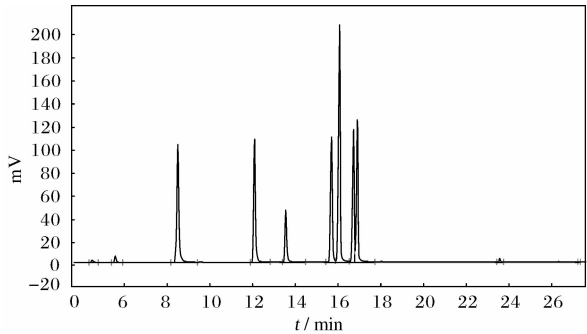


图 7 条件 7 谱图

Fig. 7 Chromatogram of condition No. 7

数据分析与思考:一阶段终止温度提高后对分离效果的提升不太明显,反而增加了分析测试时间,因此可再适当改变一阶段终止温度,另外实验过程

中存在不稳定因素,导致苯、甲苯等物质分离度的改变。但多次实验峰面积基本相当,实验过程操作较标准。

探索 8:采用二阶段程序升温法,在条件 7 的基础上,将一阶段终止温度修改为 130 ℃,其他条件同国标方法。

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 130 ℃,终止时间 1 min。二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min。谱图分析时间为 26.1 min。其实验结果见图 8。

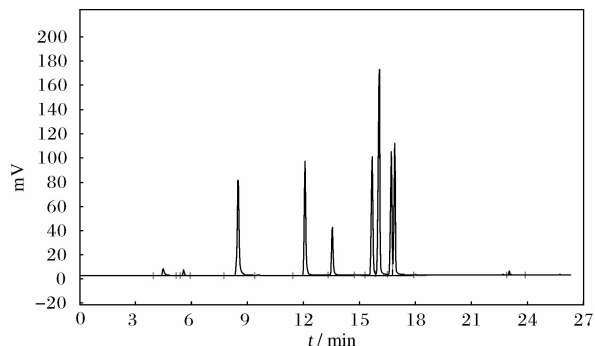


图 8 条件 8 谱图

Fig. 8 Chromatogram of condition No. 8

数据分析与思考:修正后,测试结果相对于条件 7,保留时间、峰面积等参数基本变化不大,可继续修正初始时间,来改变分离度 R 的值。

探索 9:采用二阶段程序升温法,在一阶段升温速率为 6 ℃/min、二阶段升温速率为 25 ℃/min 的条件下,设定初始时间为 8 min,然后选定适当一阶段终止温度,确保一阶段程序升温在邻二甲苯出峰后结束。其他条件同国标方法。

柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 8 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 120 ℃,终止时间 1 min。二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min。谱图分析时间为 27.9 min。其实验结果见图 9。

数据分析与思考:初始时间修改为 8 min 后,苯、甲苯、乙酸丁酯的峰分离度有所提高,但是乙苯、对(间)二甲苯、苯乙烯和邻二甲苯的峰分离度都降低。因此后续条件可选择初始时间为 5 min,条件 9 谱图中在 24.093 min 处出现未知峰型,暂无法定性。

探索 10:采用二阶段程序升温法,在前期探索实验基础上,选择初始时间 5 min,一、二阶段升温速率

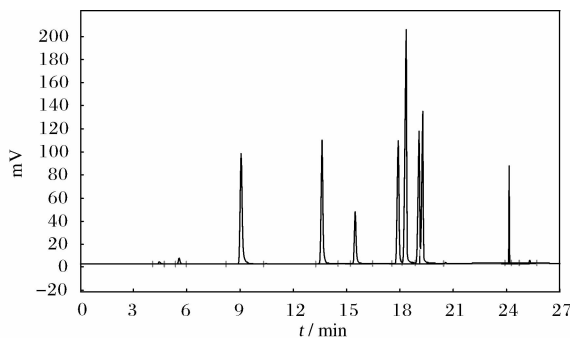


图 9 条件 9 谱图

Fig. 9 Chromatogram of condition No. 9

分别为 6、25 ℃/min,一、二阶段终止温度分别为 130、250 ℃,然后提升初始温度为 60 ℃。其他条件同国标方法。

柱箱:初始温度 60 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 130 ℃,终止时间 1 min。二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min。谱图分析时间为 24.5 min。其实验结果见图 10。

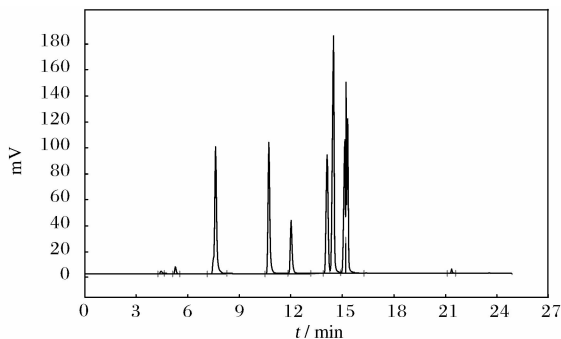


图 10 条件 10 谱图

Fig. 10 Chromatogram of condition No. 10

数据分析与思考:初始温度提升后,TVOC 标准溶液中各组分出峰时间均明显提前,充分说明保留时间受温度影响较明显。但是各峰的分离度下降,说明分离效果变差,除了苯乙烯峰分离度无法达到分离要求外其他物质均在允许数值。为提升苯乙烯分离度可适当修正其他条件。未知峰型消失。

探索条件 11:采用二阶段程序升温法,在条件 10 基础上,一阶段程序升温终止温度修改为 140 ℃,其他条件同国标方法。

柱箱:初始温度 60 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 140 ℃,终止时间 1 min。二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250

℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 25.7 min. 其实验结果见图 11.

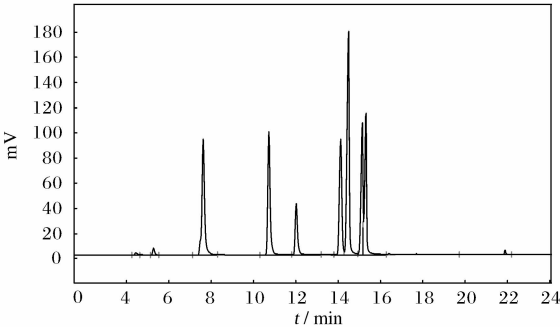


图 11 条件 11 谱图

Fig. 11 Chromatogram of condition No. 11

数据分析与思考:修正后的条件,各物质峰分离度有所提高,苯乙烯峰分离度依然较低,因此初始温度提升过高,应适当再降低.

探索 12:采用二阶程序升温法,在条件 11 基础上,初始温度设定为 55 ℃,降低初始温度延长 TVOC 标准溶液中各物质保留时间. 其他条件同国标方法.

柱箱:初始温度 55 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 140 ℃,终止时间 1 min. 二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 26.6 min. 其实验结果见图 12.

数据分析与思考:降低初始温度后,除苯乙烯外,其他物质峰分离度有一定程度提高,苯乙烯峰分离度较低可考虑采用较高初始温度,并且降低一阶

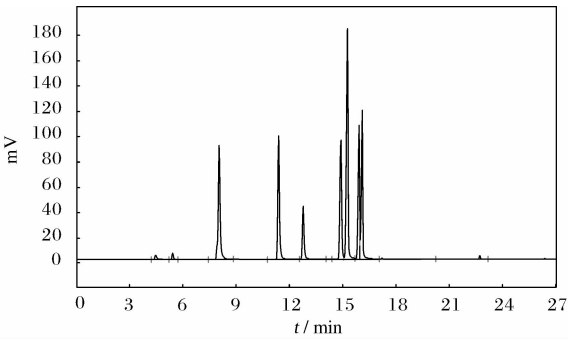


图 12 条件 12 谱图

Fig. 12 Chromatogram of condition No. 12

段程序升温速率,重新进行试验.

数据分析与思考:探索 10 至探索 12 试验结果说明提高初始温度对 TVOC 标准溶液中各物质的分离分析均有不利影响,所以应采用较低初始温度.

综合以上全部实验结果分析得相对最佳色谱条件,即柱箱:初始温度 50 ℃,初始时间 5 min,一阶段升温速率 6 ℃/min,终止温度 130 ℃,终止时间 1 min;二阶段升温速率 25 ℃/min,终止温度 250 ℃,终止时间 2 min. 谱图分析时间为 26.1 min. 整个分析过程比国标(52 min)缩短了 25.9 min.

实验所得色谱条件下对 TVOC 混合标准品溶液分析分离测试、各物质的峰分离度 R 都大于 1.3,即分离程度高于 99% (国标方法中峰分离度 $R \geq 1.46$). 分析时间由 52 min 缩短为 26.1 min,取得良好的效果.

色谱图中各个组分的保留时间见表 1,分离度数据见表 2.

表 1 条件 1~12 谱图中各组分保留时间

Table 1 Retention times of components under conditions No. 1 to No. 12 (min)

条件	苯	甲苯	乙酸丁酯	乙苯	对(间)二甲苯	苯乙烯	邻二甲苯
1	9.120	14.186	16.058	18.310	18.713	19.363	19.543
2	9.098	14.185	16.604	18.317	18.724	19.369	19.549
3	9.110	14.507	16.679	19.317	19.802	20.577	20.799
4	9.072	14.482	16.655	19.292	19.779	20.559	20.776
5	9.078	14.487	16.662	19.291	19.783	20.562	20.777
6	8.446	12.039	13.503	15.645	16.025	16.688	16.873
7	8.463	12.054	13.516	15.658	16.044	16.691	16.876
8	8.459	12.042	13.502	15.642	16.018	16.670	16.854
9	9.018	13.578	15.444	17.868	18.316	19.038	19.243
10	7.589	10.692	11.983	14.080	14.457	15.112	15.281
11	7.585	10.691	11.980	14.084	14.457	15.106	15.278
12	7.998	11.350	12.732	14.851	15.233	15.886	16.043

表 2 条件 1 ~ 12 谱图各组分离度

Table 2 Separating degrees of components under conditions No. 1 to No. 12

条件	苯	甲苯	乙酸丁酯	乙苯	对(间)二甲苯	苯乙烯	邻二甲苯
1	5.46	3.18	7.21	2.50	4.27	1.29	4.25
2	5.40	3.06	11.15	2.47	4.19	1.28	3.99
3	5.18	3.00	15.40	2.53	4.24	1.33	6.10
4	5.29	5.34	5.49	2.41	4.16	1.33	3.88
5	5.53	3.70	4.68	2.59	4.42	1.34	4.36
6	2.88	9.13	8.07	2.24	4.22	1.29	7.88
7	2.79	2.06	12.83	2.40	4.22	1.32	6.54
8	2.36	9.27	6.32	2.38	4.35	1.35	5.19
9	3.07	9.80	12.61	2.45	4.27	1.32	4.96
10	2.12	6.60	5.84	1.87	3.69	0.90	4.56
11	1.67	6.08	3.18	1.84	3.61	1.05	4.76
12	1.77	7.73	4.14	2.16	4.05	0.96	4.61

2.2 标准曲线的绘制

在本文色谱条件下,以 0.01 mg/mL 浓度的 TVOC 混合标准品溶液 5 μL、0.1 mg/mL 浓度的 TVOC 混合标准品溶液 1 μL、0.1 mg/mL 浓度的 TVOC 混合标准品溶液 5 μL、1 mg/mL 浓度的 TVOC 混合标准品溶液 1 μL 进样,重复实验 3 次,取其面积的平均值,将数据进行处理,得到每种组分线性回归方程(表 3)。检出限以 3 倍仪器噪声计算,结果见表 4。分别绘制标准曲线,其中,横坐标为各组分的浓度,纵坐标为色谱峰面积。

表 3 TVOC 混合标准品溶液中各组分线性回归方程

Table 3 Equation of linear regression of each component of TVOC blended standard solution analyzed on this chromatographic condition

化合物名称	线性方程	相关系数
苯	$y = 78546x + 891.9$	0.999
甲苯	$y = 67576x + 15766$	0.991
乙酸丁酯	$y = 45458x + 5726.8$	0.989
乙苯	$y = 67781 + 12042$	0.987
对间二甲苯	$y = 176852x + 15360$	0.991
苯乙烯	$y = 58496x + 13293$	0.997
邻二甲苯	$y = 97019x + 7159.7$	0.998

由表 3 可知,浓度范围在 0.05 ~ 1.00 μg 内,7 种组分的线性相关系数均不小于 0.987,线性相关性良好。

2.3 精密度测定

向活化后的 Tenax – TA 吸附管中加入各组分浓度均为 10mg/mL 的 TVOC 混合标准品溶液各 1μL,参照测定标准曲线选定的色谱条件重复测定 6 次。重现性数据见表 4。

测定结果表明,在选定的色谱条件下 TVOC 各物质检测精密度相对标准偏差在 1.05% 至 2.89% 之间,表现出良好的重现性。

2.4 TVOC 混合标准品回收率测定

将 5 μL 浓度为 0.1 mg/mL 的 TVOC 混合标准品溶液注入到 Tenax 吸附管内,经热解吸后,进入气相色谱仪进行色谱分析。回收率数据见表 4。

由 TVOC 混合标准品的回收率实验结果可以看出,TVOC 混合标准品溶液中各组分回收率在 95% 到 102% 之间,有良好的回收率。

将 7 种组分的检出限相加,得到本方法的 TVOC 检出限为 0.020 μg。

2.5 本法与国标方法的对比

2.5.1 TVOC 混合标准品对比试验

本文方法和国标方法对相同量 TVOC 混合标准品分析测试的谱图数据记录见表 5。

表 4 本法回收率、重现性与检出限结果

Table 4 Recovery, repeatability and detection limit of the method

进样组分	标准加入量/ μg	回收率/%	检出限/ μg	RSD/%
苯	0.50	98	0.006	1.05
甲苯	0.50	96	0.002	1.68
乙酸丁酯	0.50	102	0.005	2.89
乙苯	0.50	98	0.002	2.26
对(间)二甲苯	1.0	95	0.001	1.25
苯乙烯	0.50	96	0.002	2.27
邻二甲苯	0.50	102	0.002	1.94

表 5 2 种方法对 TVOC 混合标准品溶液分析数据

Table 5 Data of each component of TVOC blended standard solution analyzed under two chromatographic conditions

进样组分	保留时间/min		峰面积/ $(\mu\text{V} \cdot \text{s})$		分离度 R	
	本文方法	国标方法	本文方法	国标方法	本文方法	国标方法
苯	8.465	9.127	725157	702106	2.91	3.12
甲苯	12.063	14.710	674751	665650	2.26	2.93
乙酸丁酯	13.520	17.077	225595	214609	6.03	3.55
乙苯	15.670	19.973	502480	487157	2.35	2.80
对(间)二甲苯	16.057	20.510	901998	887380	4.18	4.94
苯乙烯	16.698	21.377	403308	386468	1.35	1.46
邻二甲苯	16.884	21.622	496342	474091	6.82	3.24

表 6 2 种方法分析 TVOC 混合标准品溶液所得
峰面积偏差数据

Table 6 Deviation of peak area of each component of
TVOC blended standard solution analyzed
under two chromatographic conditions

进样组分	峰面积偏差/%
苯	3.28
甲苯	1.37
乙酸丁酯	5.12
乙苯	3.15
对(间)二甲苯	1.65
苯乙烯	4.36
邻二甲苯	4.69

TVOC 混合标准品溶液定量分析,本文方法中各组分保留时间均有所提前,同时分离度均大于 1.3,峰面积偏差(表 7)相对于国标方法在 1.37% ~ 5.12% 之间. 由此可见本文方法所得结果基本与国标方法所得结果相符合,说明选定方法准确度符合要求,各组分分离程度达到分离分析标准.

2.5.2 未知样品对比试验

对 3 种不同环境进行采样,得到 3 种未知样,分别使用本文方法和国标方法进行分析测试. 结果见图 13 至图 18,谱图数据见表 7、表 8.

通过对 2 种方法实验数据处理分析可见,对于未知样品定量分析,本文方法所得峰面积偏差(表 9)小于 4.48%,基本与国标方法所得结果相符合,说明本文方法准确度符合要求,达到分离分析标准.

2.6 本法与已有文献方法对比

将本文采用的条件及方法与国内一些相关研究进行比较. 例如:胡艳峰等^[3]使用 HP-1 非极性

通过对 2 种方法实验数据处理分析可见,对于

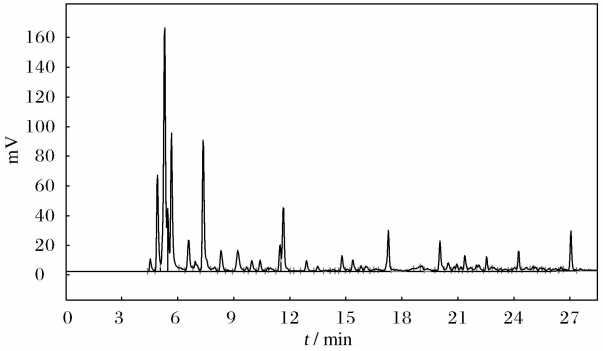


图 13 国标色谱条件下样品一分析谱图
Fig.13 Chromatogram of sample No.1 under national standard chromatographic conditions

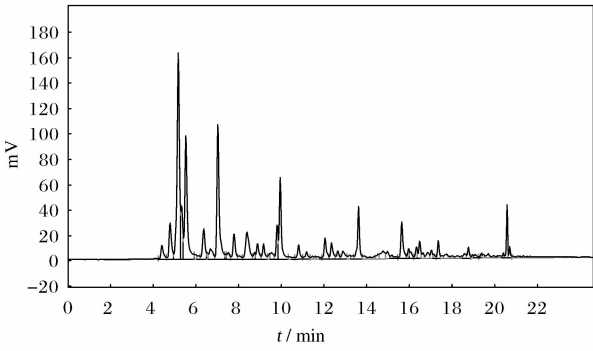


图 14 本实验色谱条件下样品一分析谱图
Fig.14 Chromatogram of sample No.1 under this chromatographic conditions

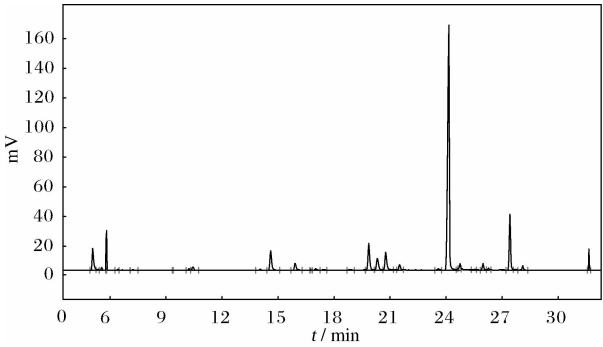


图 15 国标色谱条件下样品二分析谱图
Fig.15 Chromatogram of sample No.2 under national standard chromatographic conditions

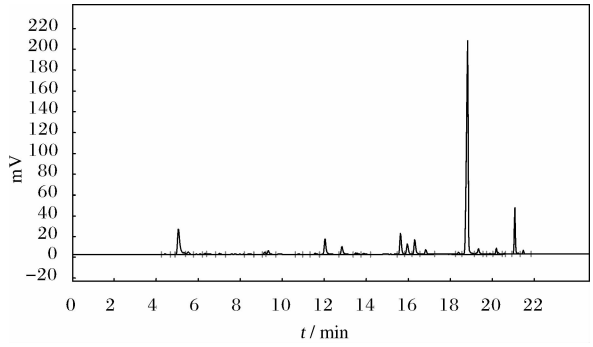


图 16 本实验色谱条件下样品二分析谱图
Fig.16 Chromatogram of sample No.2 under this chromatographic conditions

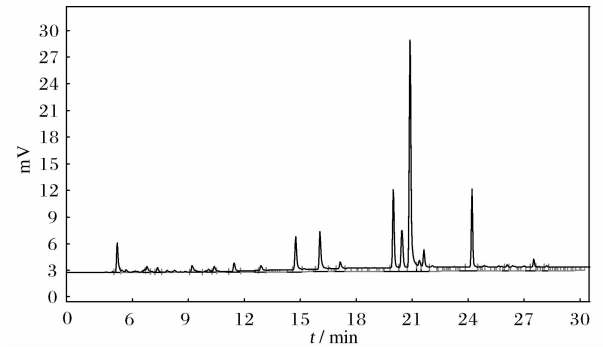


图 17 国标色谱条件下样品三分析谱图
Fig.17 Chromatogram of sample No.3 under national standard chromatographic conditions

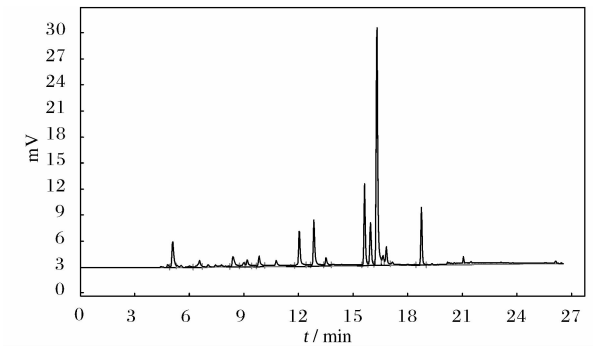


图 18 本实验色谱条件下样品三分析谱图
Fig.18 Chromatogram of sample No.3 under this chromatographic conditions

柱,采取一阶升温方式,所需分析时间为 37 min;贾祥焱等^[4]使用 SE-30 毛细管色谱柱,采用二阶升温方式,所需分析时间为 44 min;刘秀菊^[5]使用 HP-5 毛细管柱,采用二阶升温方式,所需分析时间为 34.5 min. 文献方法的分析时间明显长于本文色谱

条件所耗费的时间. 张绍原等^[6]使用 HP-5 毛细管柱,采用一阶升温方式,所需分析时间为 22.5 min. 但分析色谱图基线漂移严重. 因此,本文所报道的方法相比国内其它同类报道的方法具有分析时间更短、基线更稳定的优点.

表 7 2 种方法对 3 种未知样分析数据

Table 7 Data of three unknown samples analyzed under two chromatographic conditions ($\mu\text{V} \cdot \text{s}$)

进样组分	峰面积(样品 1)		峰面积(样品 2)		峰面积(样品 3)	
	本文方法	国标方法	本文方法	国标方法	本文方法	国标方法
苯	128774	128888	2402	2299	11501	11494
甲苯	63530	63651	6814	6902	40380	41038
乙酸丁酯	158814	160001	12257	12015	45148	44987
乙苯	135413	135625	110920	107157	72528	73006
对(间)二甲苯	50125	50220	62819	63380	43433	43569
苯乙烯	35532	35533	83783	84668	180061	180145
邻二甲苯	68067	68051	28187	27991	27447	27694

表 8 2 种方法分析 3 种未知样品所得峰面积偏差数据

Table 8 Deviation of peak area of three unknown samples analyzed under two chromatographic conditions (%)

进样组分	峰面积偏差(样品 1)	峰面积偏差(样品 2)	峰面积偏差(样品 3)
苯	0.09	4.48	0.01
甲苯	0.19	1.27	2.44
乙酸丁酯	0.74	2.01	0.36
乙苯	0.16	3.51	0.65
对(间)二甲苯	0.19	0.89	0.31
苯乙烯	0.00	1.05	0.01
邻二甲苯	0.02	0.70	0.89

3 结论

本法对 TVOC 分析测试结果表明,各物质的峰分离度都高于 99%,而且谱图分析时间缩短为 26.1 min,比采用国标方法分析工作效率可提高 1 倍.

参考文献:

[1] 房云阁. 室内空气质量检测实用技术[M]. 北京:中国计量出版社,2007;204 – 208.

[2] GB/T 18883 – 2002,室内空气质量标准 [S].

[3] 胡艳峰,宋绍富,陶晓红. 空气中总挥发有机物(TVOC)测定方法研究[J]. 内蒙古石油化工,2010 年(5):1 – 2.

[4] 贾祥焱,王园园,顾永松. 内置式热解析 – 气相色谱联用检测室内空气中 TVOC[J]. 环境监测管理与技术,2009,21(5):46 – 48.

[5] 刘秀菊. 室内空气中总挥发性有机物检验方法的改进[J]. 广东化工,2008(7):126 – 130.

[6] 张绍原,寇登民,程波,等. 毛细管气相色谱检测室内空气中挥发性有机化合物[J]. 现代仪器,2007 (4):20 – 21.

Exploration the Detection Method Indoor Air of Total Volatile Organic Compounds

FU Ying¹, WANG Yi-jun¹, ZHANG Feng-yan²

(1. College of Chemical and Environment of Qingdao University, Qingdao 266071, China;

2. Qingdao Supervision and Testing Center of Product Quality, Qingdao 266071, China)

Abstract: Total Volatile Organic Compounds(TVOC) blended standard solution was used to explore the detection method of TVOC by GC and to determine the best chromatographic conditions. The improved process used only 26.1min, which is 25.9 min shorter than that of the original one(52 min) described in GB/T1 8883-2002. The separating degree of each component in the TVOC blended standard solution was greater than 99%. The RSD of precision was between 1.05% and 2.89%. the recovery was between 95% and 102%, and the detection limit was 0.020 μg .

Key words: gas chromatography;total volatile organic compounds;improvement of chromatographic conditions

Classifying number: O657.32

动态

仪器信息网“网络讲堂”栏目全新上线

仪器信息网“网络讲堂”栏目全新改版升级后与广大用户见面,用户可通过网络参加在线会议,与讲座专家进行“面对面”的提问和交流.此次升级改版将更加方便用户查看直播会议安排及各类仪器视频,满足仪器信息网用户对学习仪器知识的需求,解决工作中的问题.

网络讲堂栏目分为网络会议与视频点播两部分.网络会议增加了安捷伦、Waters、PerkinElmer、岛津 4 家厂商系列技术讲座及 ICPMS、GCMS 与核磁共振波谱仪三类仪器的专家系列讲座.每月为用户提供近 10 场在线讲座.内容涵盖有机质谱、ICPMS 和 TOC 等多种仪器技术知识,涉及“瘦肉精”、代谢产物及环境等多个热点领域.

往期在线讲座内容如下:

- 1、应用 AB SCIEX QTRAP? 系统进行三级 MRM 定量分析技术
- 2、岛津 LCMS-8030 超快速三重四极杆液质联用仪在相关领域中的分析应用
- 3、如何应对复杂基质中的“瘦肉精”的检测
- 4、如何应对代谢产物鉴定中化合物结构确定的挑战
- 5、不同类型 GCMS 仪器性能特点及用途
- 6、ICP-MS 仪器的基本结构、性能及维护

注:网络会议视频均上传至网络讲堂点播栏目供用户观看

点播栏目汇集了近千个优质仪器视频,改版后优化了视频分类,目前共有仪器新产品、基础原理、维护保养、操作/数据处理、应用技术/方法标准、实验室管理认证及其它 7 大类,更加便于用户搜索相关视频.另外,我们还对视频的浏览器进行了升级,给用户更加优质的视听体验.

仪器信息网“网络讲堂”栏目更多详情,敬请访问:<http://webinar.instrument.com.cn>

仪器信息网供稿

