

基于气相色谱仪进行室内空气 TVOC 的测定

金迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 采用固体吸附剂富集环境空气中挥发性有机物, 将吸附管置于热脱附仪中, 经气相色谱分离后, 用 FID 检测器进行检测。以保留时间定性, 峰面积定量。

关键词: 气相色谱仪; TVOC

1 检测方法

依据国家标准: 民用建筑工程室内环境污染控制标准 附录 E (GB 50325-征求意见稿) 进行室内空气中十六种 TVOC 的测定。

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 甲醇 (CH_3OH): 液相色谱纯。

2.2 材料与仪器

2.2.1 气相色谱仪: 福立 GC9720Plus 气相色谱仪, 配备 FID 检测器。

2.2.2 色谱柱: RB-TVOC, 50 m * 0.32 mm * 1.0 μm 。

2.2.3 液体进样针 10 μL 。

2.2.4 CP-300 热脱附标样加载平台。

2.2.5 吸附管: TENAX 管。

2.2.6 解析管活化仪。

2.2.7 热脱附仪: Fuli-Chromatec TDA。

3 标准系列配置

3.1 TVOC 标准溶液: 质量浓度为 50mg/L、400mg/L、1000mg/L 含十六种 TVOC 的甲醇溶液, 包括正己烷、苯、三氯乙烯、甲苯、辛烯、乙酸丁酯、乙苯、间, 对二甲苯、苯乙烯、邻二甲苯、壬烷、异辛醇、正十一烷、正十四烷、正十六烷。贮藏条件: $\leq -10^\circ\text{C}$ 。

3.2 标准系列: 将吸附管分别连接在标定装置上, 分别取 1 μL 、2 μL 50mg/L TVOC 标准溶液和 1 μL 、2 μL 、3 μL 400mg/L TVOC 标准溶液和 2 μL 1000mg/L TVOC 标准溶液注入连接在标定

装置上的吸附管中，制成各组分含量为 0.05 μg 、0.1 μg 、0.4 μg 、0.8 μg 、1.2 μg 、2.0 μg 的标准吸附管，打开氮气吹 5min 后取下密封，作为标准吸附管系列样品。

4 试样制备

详见《GB 50325-征求意见稿 民用建筑工程室内环境污染控制标准 附录 E》。

5 仪器条件

5.1 色谱柱：RB-TVOC，柱长 50m，内径 0.32mm，膜厚 1.0 μm 。

5.2 色谱柱温度：初始温度 50 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 10min，以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 检测器温度：260 $^{\circ}\text{C}$ ，氢气流量：30mL/min，空气流量：300mL/min，尾气气流量：30mL/min。

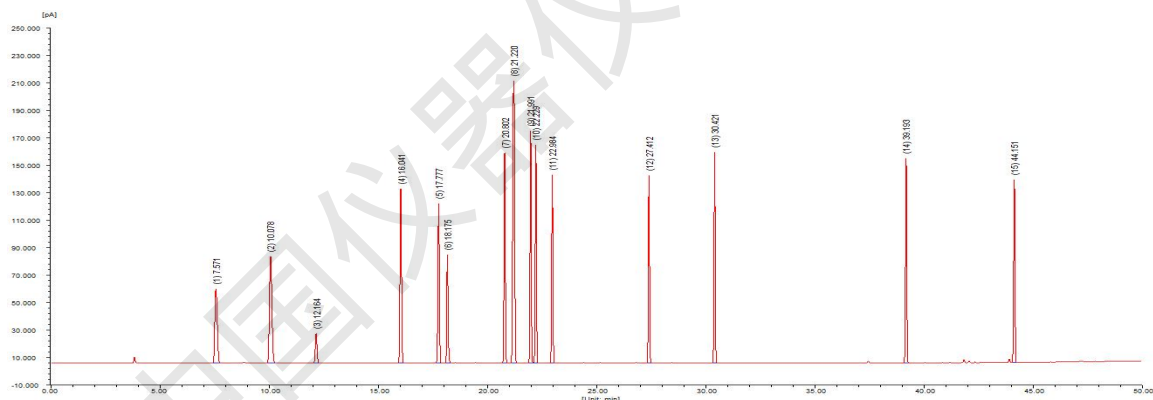
5.4 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 色谱柱流速：3.0mL/min。

5.6 进样方式：分流，分流比 20:1。

6 分析结果

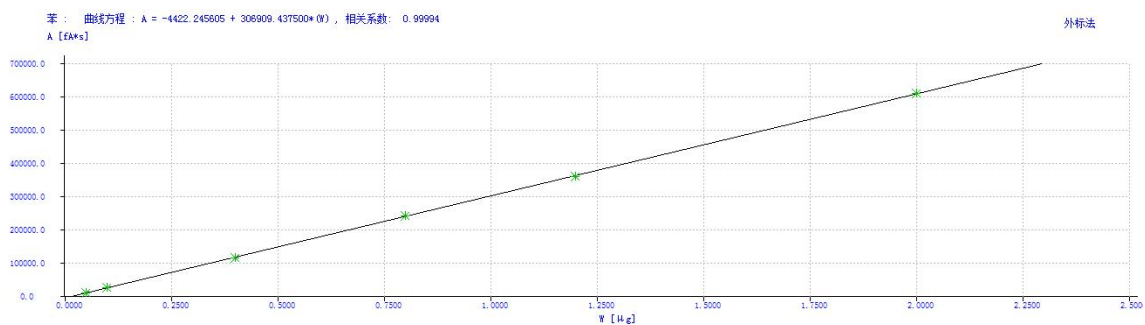
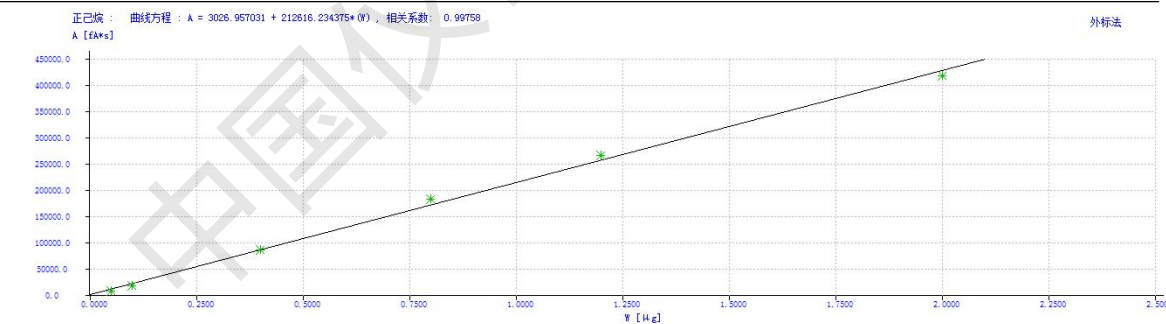
6.1 典型性谱图 (2.0 μg)

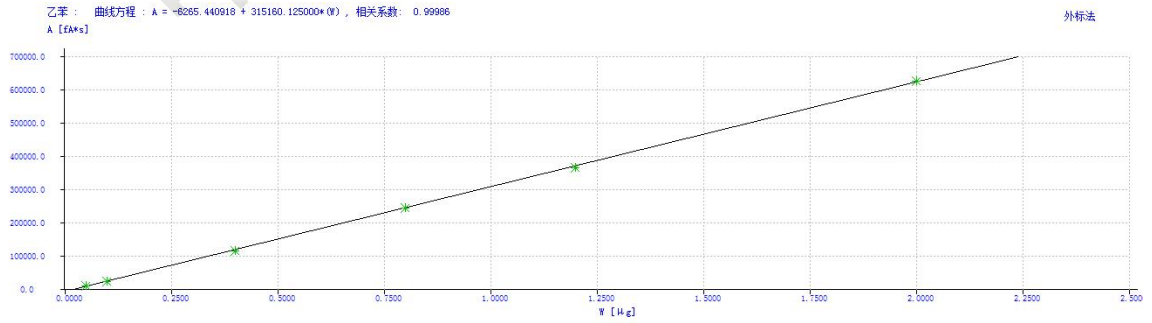
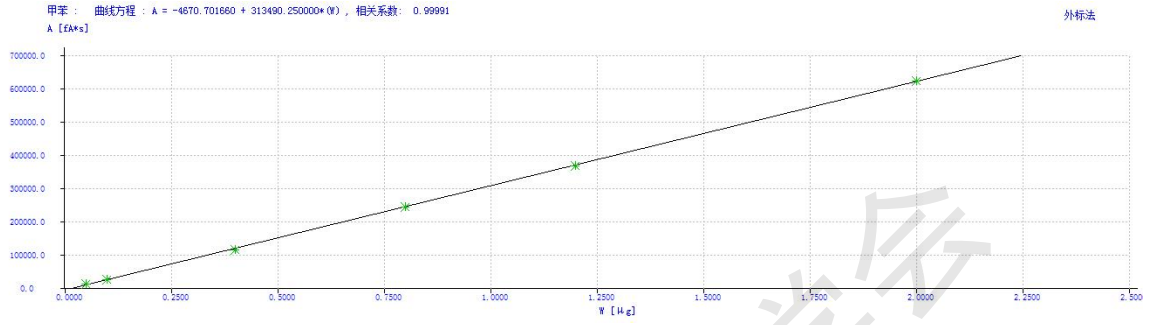
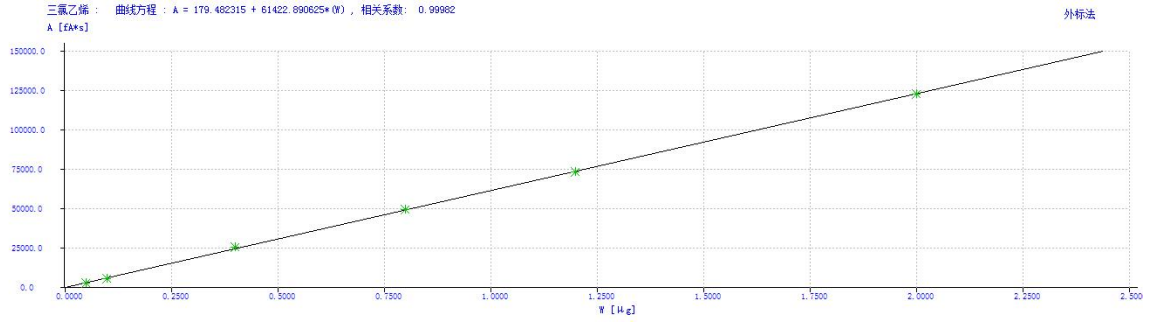


峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	正己烷	7.571	0.125	54145.1	419450.6	4.8462	4.8462
2	苯	10.078	0.124	77956.5	610905.0	7.0582	7.0582
3	三氯乙烯	12.164	0.087	21701.7	122845.0	1.4193	1.4193
4	甲苯	16.041	0.077	127143.9	624417.9	7.2143	7.2143
5	辛烯	17.777	0.072	116565.5	539921.6	6.2381	6.2381
6	乙酸丁酯	18.175	0.066	79224.5	342502.3	3.9572	3.9572
7	乙苯	20.802	0.064	153571.0	626619.6	7.2398	7.2398
8	间, 对二甲苯	21.220	0.101	205894.2	1274159.3	14.7212	14.7212
9	苯乙烯	21.991	0.060	169541.8	653229.8	7.5472	7.5472
10	邻二甲苯	22.229	0.062	159032.3	629746.7	7.2759	7.2759
11	壬烷	22.984	0.063	137209.5	550009.2	6.3546	6.3546
12	异辛醇	27.412	0.058	136786.9	510724.6	5.9008	5.9008
13	正十一烷	30.421	0.060	153776.2	588401.2	6.7982	6.7982
14	正十四烷	39.193	0.063	149134.2	603707.7	6.9751	6.9751
15	正十六烷	44.151	0.065	133239.5	558600.7	6.4539	6.4539
			总计:	1874922.5	8655240.8	100.0000	100.0000

6.2 组分标准曲线

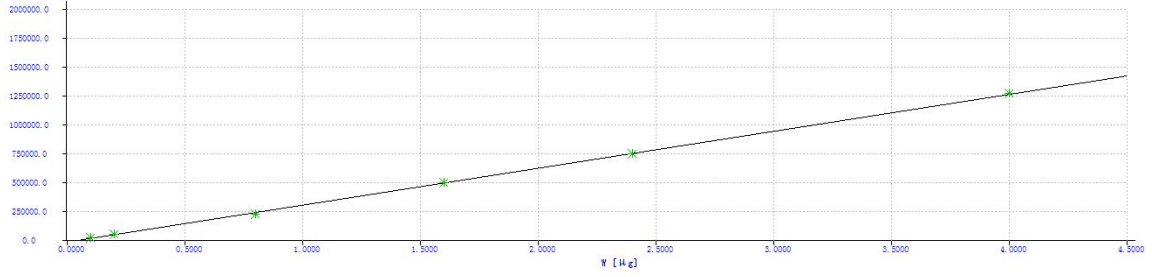
组分名	曲线方程	相关系数, r^2
正己烷	$A=3026.957031+212616.234375*(W)$	0.99758
苯	$A=-4422.245605+306909.437500*(W)$	0.99994
三氯乙烯	$A=179.482315+61422.890625*(W)$	0.99982
甲苯	$A=-4670.701660+313490.250000*(W)$	0.99991
1-辛烯	$A=-2904.472168+273130.437500*(W)$	0.99973
乙酸丁酯	$A=-6005.719727+174436.546875*(W)$	0.99876
乙苯	$A=-6265.440918+315160.125000*(W)$	0.99986
间对二甲苯	$A=-14360.615234+321316.031250*(W)$	0.99969
苯乙烯	$A=-6660.974609+328973.843750*(W)$	0.99984
邻二甲苯	$A=-6278.284180+316779.156250*(W)$	0.99984
正壬烷	$A=-4479.854492+277089.781250*(W)$	0.99995
异辛醇	$A=-5653.336426+258624.015625*(W)$	0.99928
正十一烷	$A=-3282.847412+294633.843750*(W)$	0.99984
正十四烷	$A=-6247.488770+302800.437500*(W)$	0.99967
正十六烷	$A=-7636.051758+281039.531250*(W)$	0.99933





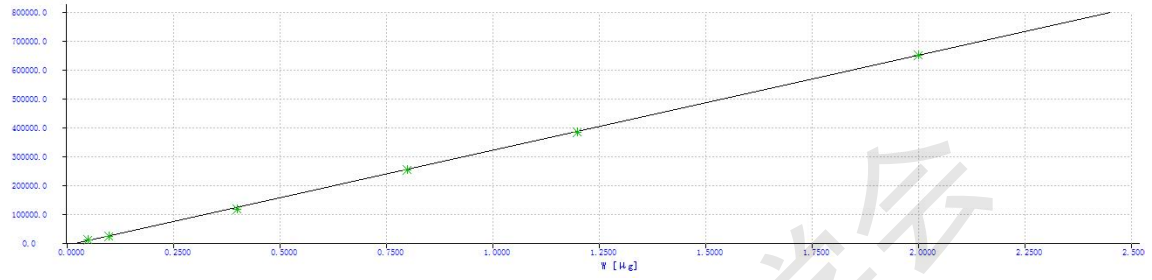
间, 对二甲苯 : 曲线方程 : $A = -14360.615234 + 321316.031250 \cdot (W)$, 相关系数: 0.99969
A [fA*s]

外标法



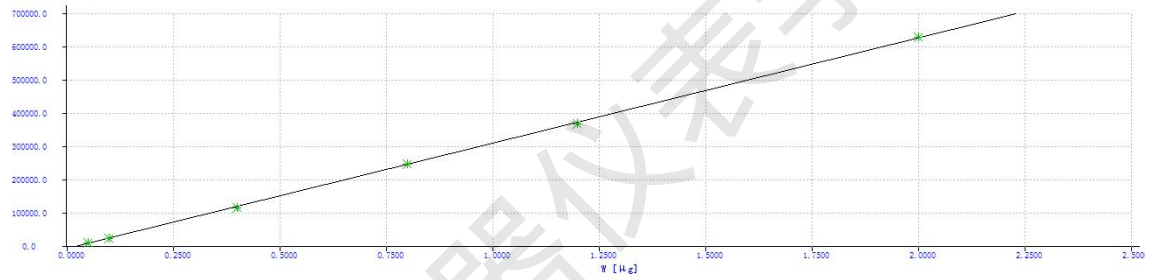
苯乙烯 : 曲线方程 : $A = -6660.974609 + 328973.043750 \cdot (W)$, 相关系数: 0.99964
A [fA*s]

外标法



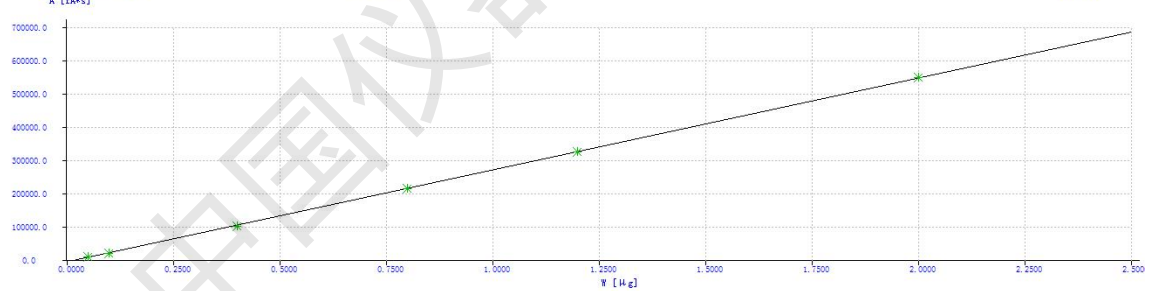
邻二甲苯 : 曲线方程 : $A = -6278.284180 + 316779.156250 \cdot (W)$, 相关系数: 0.99984
A [fA*s]

外标法



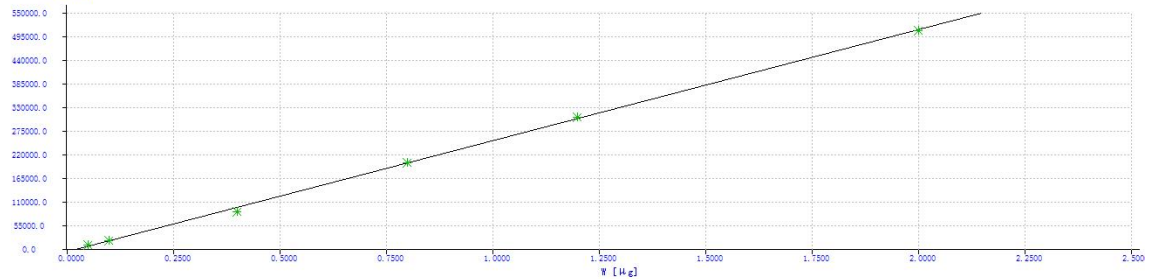
壬烷 : 曲线方程 : $A = -4479.854492 + 277069.781250 \cdot (W)$, 相关系数: 0.99995
A [fA*s]

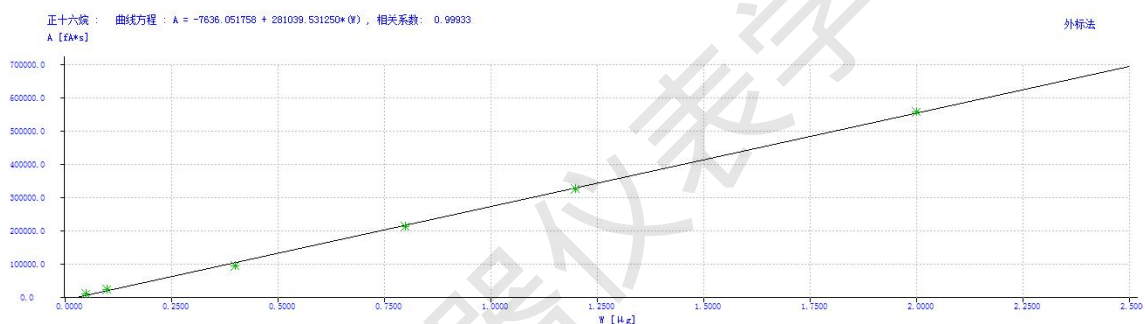
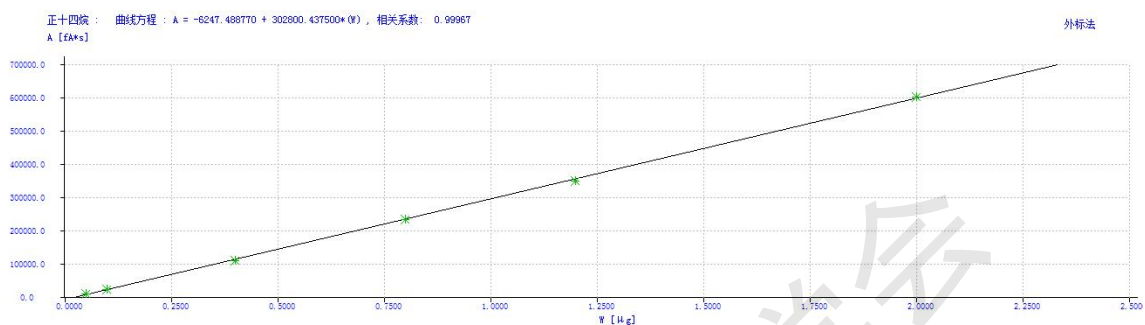
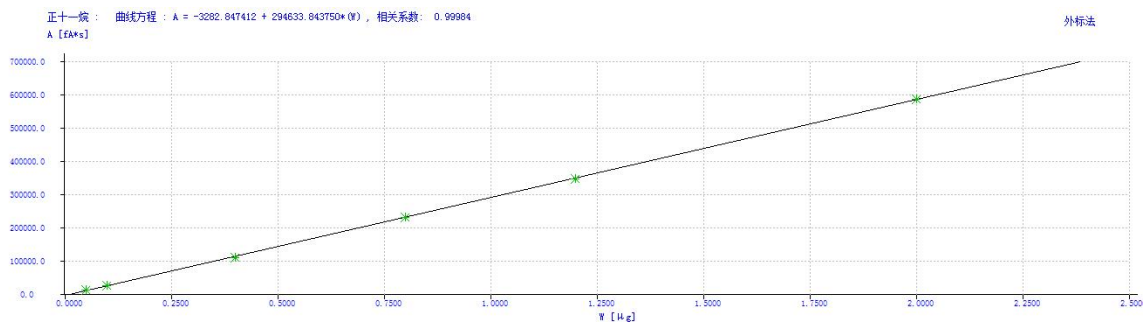
外标法



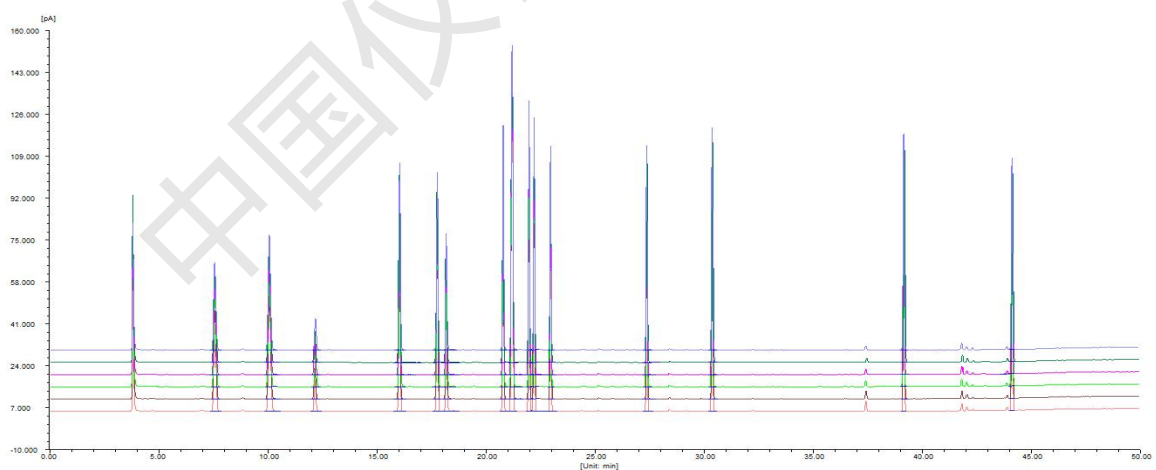
异辛醇 : 曲线方程 : $A = -5653.336426 + 258624.015625 \cdot (W)$, 相关系数: 0.99928
A [fA*s]

外标法





6.3 重复性谱图结果和相关系数 (1.2 ug)



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[ug]	含量RSD%	谱图数
1	正己烷	7.570	0.025	269083.5	1.3050	36132.3	1.5446	1.2513	1.3198	6
2	苯	10.075	0.040	362165.8	0.5486	47541.2	0.9547	1.1945	0.5420	6
3	三氯乙烯	12.175	0.135	73673.9	0.4899	12852.5	0.6421	1.1965	0.4911	6
4	甲苯	16.045	0.064	369563.9	0.4644	76565.7	0.8954	1.1938	0.4586	6
5	辛烯	17.777	0.043	328982.6	1.2871	72347.0	0.7267	1.2151	1.2758	6
6	乙酸丁酯	18.180	0.037	207105.0	0.6120	47544.5	0.3814	1.2217	0.5948	6
7	乙苯	20.798	0.015	368546.3	0.4399	91172.7	0.5417	1.1893	0.4326	6
8	间, 对二甲苯	21.211	0.015	754683.4	0.4243	123320.6	0.3367	2.3934	0.4164	6
9	苯乙烯	21.984	0.012	386222.0	0.3669	100811.4	0.5150	1.1943	0.3606	6
10	邻二甲苯	22.220	0.012	371373.0	0.3723	94505.3	0.3865	1.1922	0.3661	6
11	壬烯	22.973	0.014	328822.9	0.5948	83267.0	0.5580	1.2029	0.5868	6
12	异辛醇	27.383	0.026	307220.2	1.2054	83226.6	0.4369	1.2098	1.1836	6
13	正十一烷	30.385	0.039	348809.9	0.5293	90273.3	0.7700	1.1950	0.5244	6
14	正十四烷	39.173	0.042	351451.1	0.4616	87264.3	0.8760	1.1813	0.4535	6
15	正十六烷	44.138	0.029	327068.3	0.7136	77275.6	1.0867	1.1910	0.6973	6

6.4 检出限

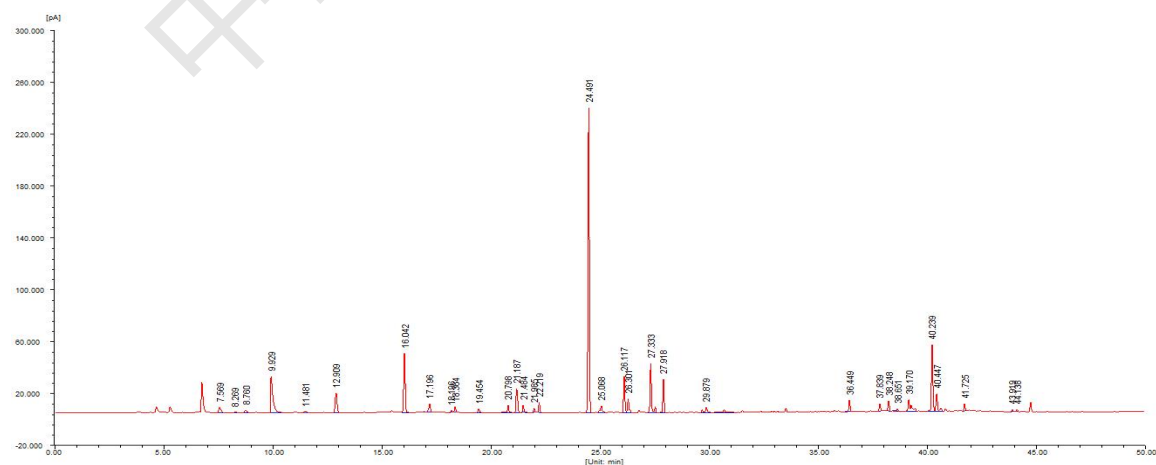
在采样体积为 10L 时，所采空气样品中各组分的浓度检出限如下表所示：

组分名	含量 [ug]	含量 [ug]	含量 [ug]	含量 [ug]	含量 [ug]	含量 [ug]	含量 [ug]	MDL [ug]	最低检出限 [mg/m3]
正己烷	0.0527	0.0581	0.0564	0.0591	0.0467	0.0568	0.0566	0.013339558	0.001333956
苯	0.0485	0.0661	0.0636	0.0632	0.0629	0.0649	0.0631	0.018729975	0.001872997
三氯乙烯	0.0538	0.0645	0.0786	0.0621	0.0711	0.068	0.058	0.026110782	0.002611078
甲苯	0.0515	0.0638	0.0622	0.0612	0.0614	0.0616	0.0553	0.013955668	0.001395567
1-辛烯	0.0528	0.052	0.0528	0.0549	0.0548	0.0543	0.0558	0.004371778	0.000437178
乙酸丁酯	0.0501	0.0529	0.0462	0.0486	0.0534	0.0522	0.0528	0.008469454	0.000846945
乙苯	0.0527	0.054	0.0546	0.0546	0.0558	0.0559	0.0554	0.003548615	0.000354862
间对二甲苯	0.1022	0.1055	0.1053	0.1066	0.1092	0.1086	0.1081	0.007612724	0.000761272
苯乙烯	0.053	0.0574	0.0534	0.0537	0.0557	0.0548	0.0553	0.004838101	0.00048381
邻二甲苯	0.053	0.0573	0.0575	0.0557	0.0583	0.0563	0.0576	0.005595112	0.000559511
正壬烷	0.0525	0.0531	0.0542	0.0544	0.0556	0.0554	0.0554	0.003800797	0.00038008
异辛醇	0.0511	0.0526	0.0519	0.0554	0.0574	0.0579	0.0528	0.00858612	0.000858612
正十一烷	0.0525	0.0575	0.0502	0.058	0.0531	0.0526	0.0536	0.008874388	0.000887439
正十四烷	0.0521	0.0533	0.0525	0.0536	0.0559	0.0561	0.0551	0.005082302	0.00050823
正十六烷	0.0515	0.0522	0.0464	0.049	0.0522	0.0523	0.0519	0.007082634	0.000708263
总 TVOC								0.139998007	0.013999801

6.5 样品测定

6.5.1 在 TVOC 专用工作站里可以同时实现以甲苯计未知峰、导入空白样品、输入采样体积、采样温度、采样大气压，自动计算出标准状态下所采空气样品中 TVOC 的浓度。

6.5.2 报告输出时也会同时注明未知峰以甲苯计的含量，以及在采样点温度、大气压下的总 TVOC 浓度和苯、甲苯、二甲苯三个组分的浓度。



定量方法 <input type="radio"/> 归一法 <input type="radio"/> 修正归一法 <input type="radio"/> 内标法 <input checked="" type="radio"/> 外标法 <input type="radio"/> 指数法		<input checked="" type="checkbox"/> 重新设置含量单位 当前含量单位: <input type="text" value="μg"/> 实际含量单位: <input type="text" value="μg"/> >> 内标组分量: <input type="text" value="10"/> 样品量: <input type="text" value="100"/> mg 定容体积: <input type="text" value="10.0000"/> L 稀释倍数: <input type="text" value="1.0000"/> 换算倍数: <input type="text" value="1.0000"/>		采样点参数 导入空白 体积: <input type="text" value="10"/> L TVOC: 0.8159 mg/m3 温度: <input type="text" value="27"/> °C 苯含量: 0.0647 mg/m3 大气压: <input type="text" value="101.3"/> kPa TVOC空白: <input type="text" value="2.278"/> μg 甲苯含量: 0.0061 mg/m3 苯空白: <input type="text" value="0.0902"/> μg 二甲苯含量: 0.0453 mg/m3 甲苯空白: <input type="text" value="0.5105"/> μg 二甲苯空白: <input type="text" value="0.0664"/> μg	
定量基准 <input checked="" type="radio"/> 面积 <input type="radio"/> 高度		校正名称: <input type="text" value="俄罗斯TTA管"/> <input checked="" type="checkbox"/> 未知峰参与运算 未知峰校正系数: <input type="text" value="甲苯"/>			

分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [μg]	峰类型
1	正己烷	7.569	0.112	4204.5	30233.2	1.0373	0.1280	BB
2	苯	9.929	0.096	28019.0	203953.9	6.9977	0.6790	BV
3	甲苯	16.042	0.073	46126.3	172652.1	5.9238	0.5656	VB
4	乙苯	18.196	0.066	2075.3	8518.1	0.2923	0.0469	BB
5	乙苯	20.798	0.063	5745.9	33608.8	1.1531	0.1265	BB
6	间, 对二甲苯	21.187	0.086	18980.9	101789.4	3.4924	0.3615	VV
7	苯乙烯	21.985	0.058	3423.9	12680.3	0.4351	0.0588	BB
8	邻二甲苯	22.219	0.061	7636.7	30912.9	1.0606	0.1174	BB
9	异辛醇	27.333	0.061	38014.5	177517.7	6.0907	0.7083	BV
10	正十四烷	39.170	0.065	9648.4	85539.3	2.9349	0.3031	BB
11	正十六烷	44.138	0.066	2035.6	8411.9	0.2886	0.0571	BB
12	以甲苯计未知峰	---	---	448497.6	2048751.3	70.2934	6.5502	---
总计:				614408.8	2914569.2	100.0000	9.7023	

V=10.000 L, T= 27.00 °C, P=101.30 kPa, 空白=2.2780 μg, 总TVOC=0.8159 mg/m3
 苯空白=0.0902 μg, 苯含量=0.0647 mg/m3
 甲苯空白=0.5105 μg, 甲苯含量=0.0061 mg/m3
 二甲苯空白=0.0664 μg, 二甲苯含量=0.0453 mg/m3