

基于气相色谱仪进行室内空气 TVOC 的测定- 俄罗斯 TDA-TC 管

金 迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 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; TDA-TC

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: CB-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: TC 复合吸附管 (Tenax TA、石墨化碳黑 X)。

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

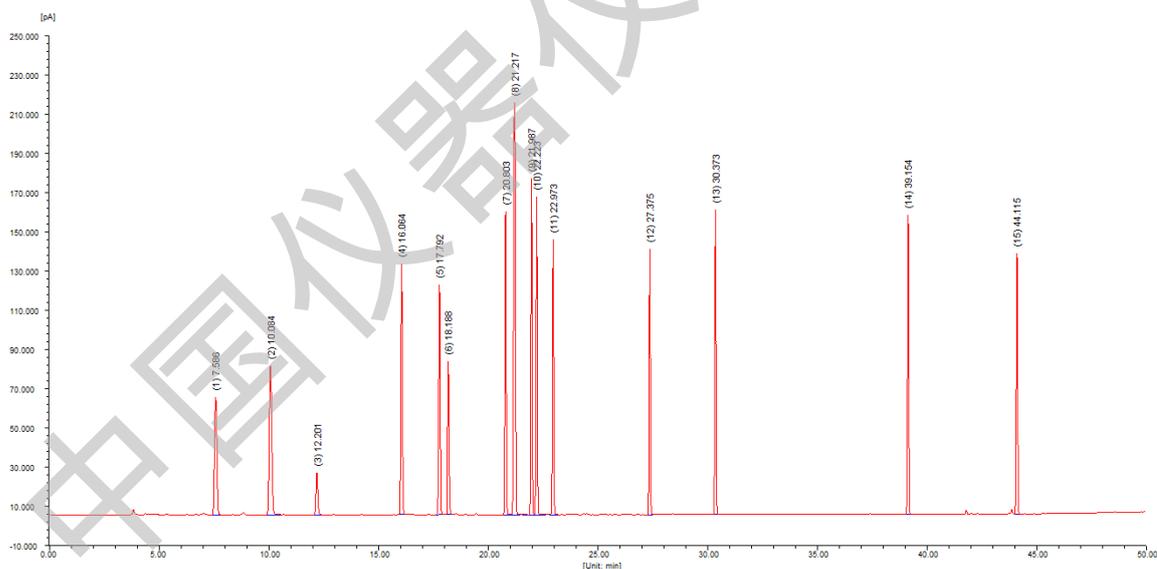
详见《GB 50325-征求意见稿 民用建筑工程室内环境污染控制标准 附录 E》。

5 仪器条件

- 1) 色谱柱：RB-TVOC，柱长 50m，内径 0.32mm，膜厚 1.0 μm 。
- 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，尾吹气流量：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 ）



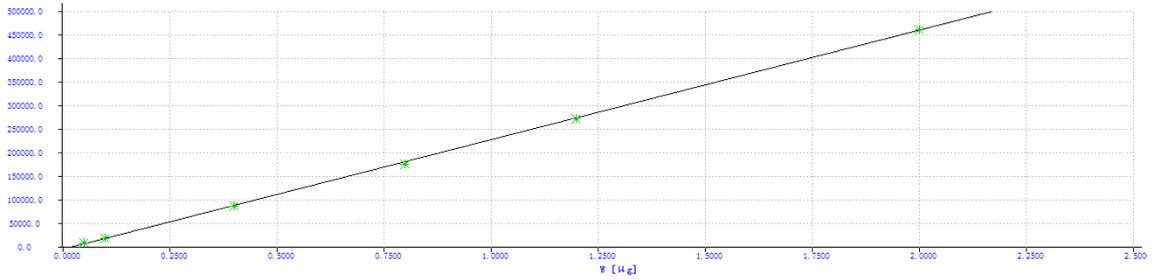
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	正己烷	7.586	0.124	60089.0	462756.0	5.2959	5.2959
2	苯	10.084	0.128	76168.7	608327.8	6.9618	6.9618
3	三氯乙烯	12.201	0.088	21622.9	123453.3	1.4128	1.4128
4	甲苯	16.064	0.077	128320.3	629368.7	7.2026	7.2026
5	辛烯	17.792	0.073	117543.4	548254.7	6.2743	6.2743
6	乙酸丁酯	18.188	0.066	78530.8	338528.6	3.8742	3.8742
7	乙苯	20.803	0.064	154730.0	635960.1	7.2781	7.2781
8	间,对二甲苯	21.217	0.100	210415.3	1292762.9	14.7946	14.7946
9	苯乙烯	21.987	0.061	171595.3	664415.9	7.6037	7.6037
10	邻二甲苯	22.223	0.062	162350.8	643542.8	7.3648	7.3648
11	壬烷	22.973	0.063	140503.6	501044.1	5.7341	5.7341
12	异辛醇	27.375	0.058	135689.4	505463.8	5.7846	5.7846
13	正十一烷	30.373	0.060	155709.8	602120.1	6.8908	6.8908
14	正十四烷	39.154	0.063	152805.4	616589.9	7.0564	7.0564
15	正十六烷	44.115	0.067	133256.0	565458.4	6.4712	6.4712
			总计:	1899330.7	8738047.5	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	$A = -4423.993652 + 232385.359375 * (W)$	0.99976
苯	$A = -6177.299316 + 304723.937500 * (W)$	0.99952
三氯乙烯	$A = -540.774475 + 61530.507813 * (W)$	0.99965
甲苯	$A = -6797.41056 + 314513.031250 * (W)$	0.99932
1-辛烯	$A = -6021.005371 + 275848.718750 * (W)$	0.99970
乙酸丁酯	$A = -528.380859 + 171237.015625 * (W)$	0.99918
乙苯	$A = -9234.406250 + 318317.937500 * (W)$	0.99899
间对二甲苯	$A = -17009.392578 + 323714.437500 * (W)$	0.99924
苯乙烯	$A = -8309.191406 + 332321.437500 * (W)$	0.99916
邻二甲苯	$A = -9401.347656 + 322117.437500 * (W)$	0.99891
正壬烷	$A = 1921.166626 + 254580.515625 * (W)$	0.99783
异辛醇	$A = -4160.300293 + 254646.968750 * (W)$	0.99910
正十一烷	$A = -5407.415527 + 299953.843750 * (W)$	0.99910
正十四烷	$A = -9032.961914 + 307732.156250 * (W)$	0.99840
正十六烷	$A = -10294.257813 + 283340.218750 * (W)$	0.99799

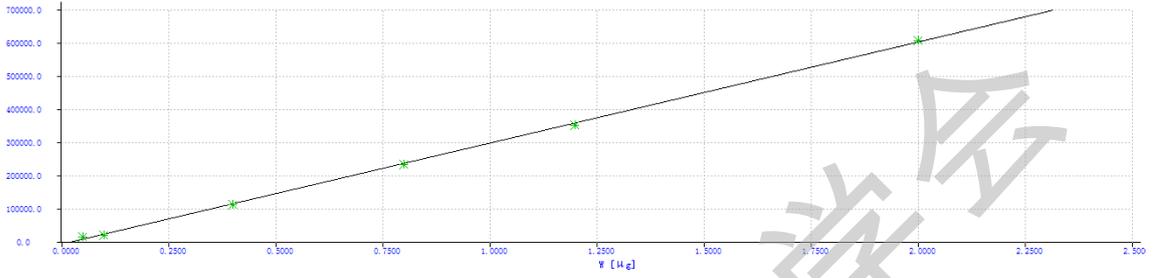
正己烷： 曲线方程： $A = -4423.993852 + 232385.359375 \times (W)$ ， 相关系数： 0.99976
A [fA*s]

外标法



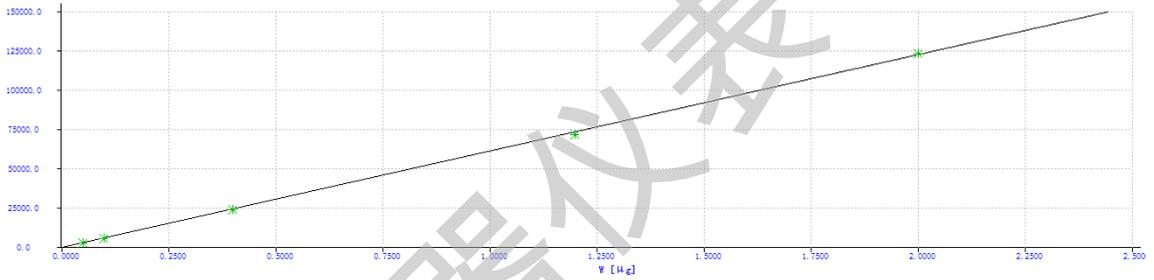
苯： 曲线方程： $A = -6177.299316 + 304723.937500 \times (W)$ ， 相关系数： 0.99952
A [fA*s]

外标法



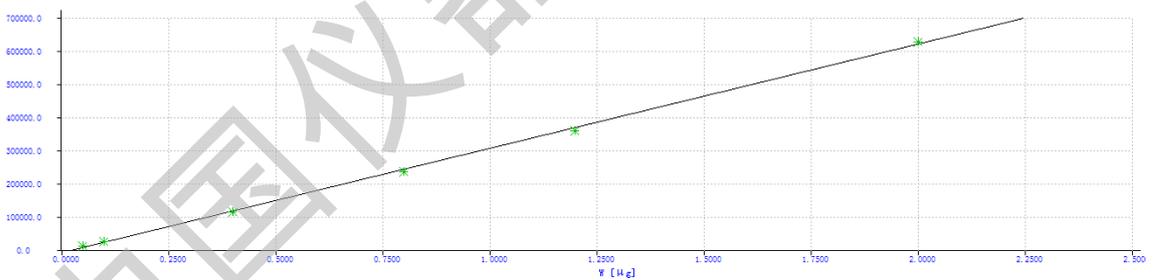
三氯乙烯： 曲线方程： $A = -540.774475 + 61930.507813 \times (W)$ ， 相关系数： 0.99965
A [fA*s]

外标法



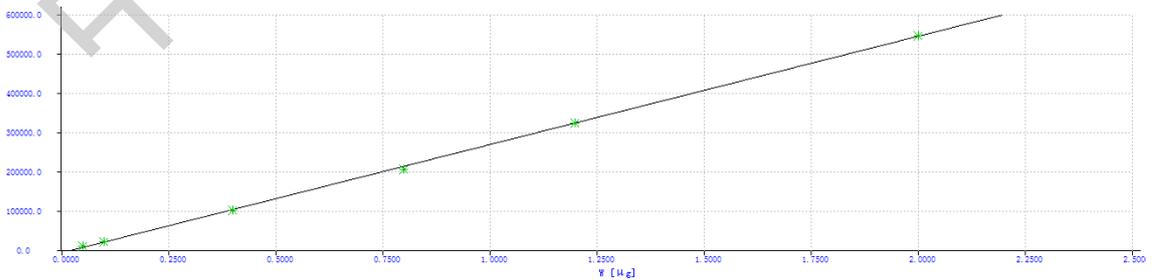
甲苯： 曲线方程： $A = -6797.410156 + 314513.031250 \times (W)$ ， 相关系数： 0.99932
A [fA*s]

外标法



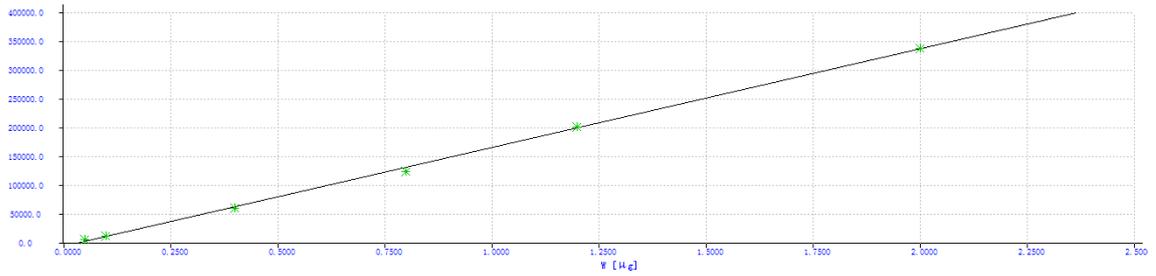
辛烷： 曲线方程： $A = -6021.005371 + 275848.718750 \times (W)$ ， 相关系数： 0.99970
A [fA*s]

外标法



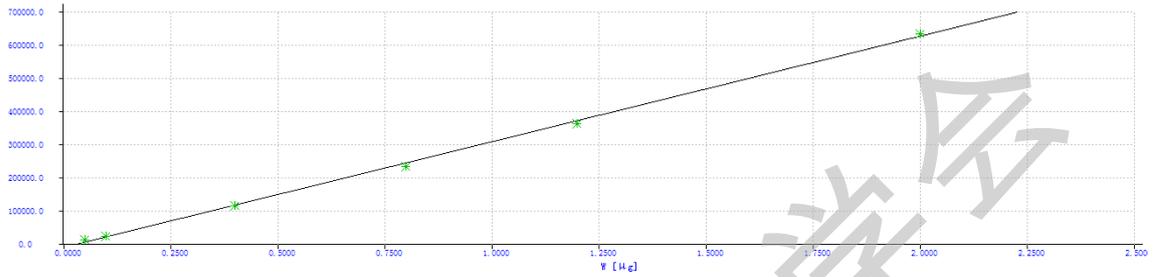
乙酸丁酯 : 曲线方程 : $A = -5281.380859 + 171237.015625 \times (W)$, 相关系数: 0.99918
A [fA*s]

外标法



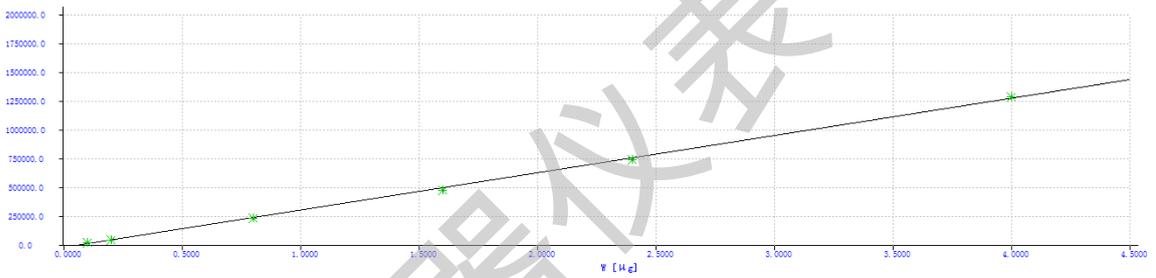
乙苯 : 曲线方程 : $A = -9234.406250 + 318317.937500 \times (W)$, 相关系数: 0.99899
A [fA*s]

外标法



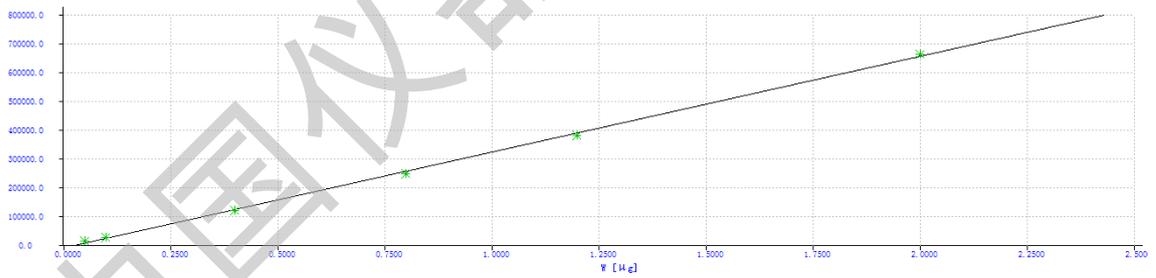
间,对二甲苯 : 曲线方程 : $A = -17009.392578 + 323714.437500 \times (W)$, 相关系数: 0.99924
A [fA*s]

外标法



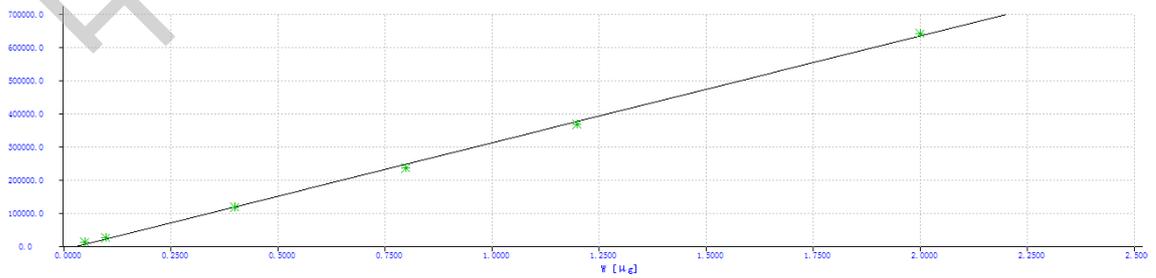
苯乙烯 : 曲线方程 : $A = -8309.191406 + 332321.437500 \times (W)$, 相关系数: 0.99916
A [fA*s]

外标法



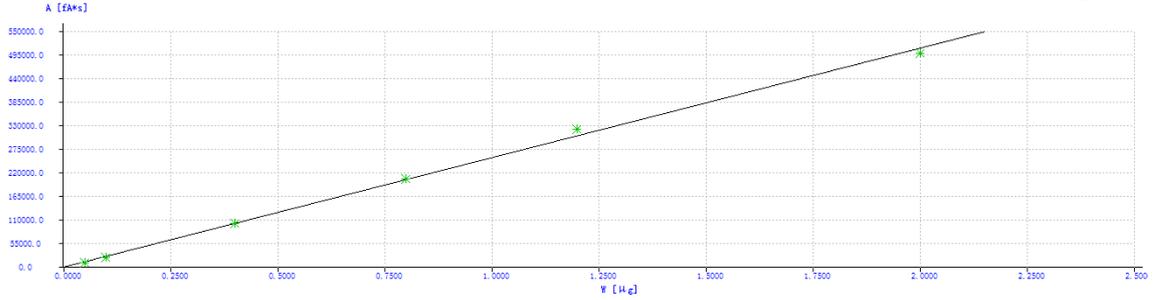
邻二甲苯 : 曲线方程 : $A = -9401.347656 + 322117.437500 \times (W)$, 相关系数: 0.99891
A [fA*s]

外标法



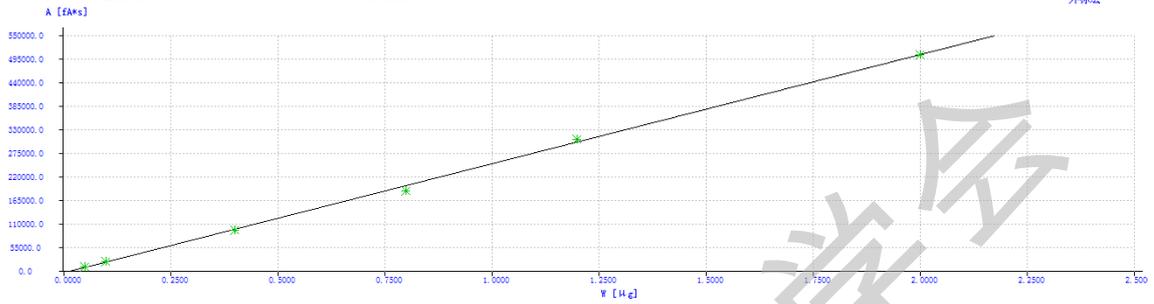
壬烷： 曲线方程： $A = 1921.166626 + 254580.515625 \cdot W$ ， 相关系数： 0.99783

外标法



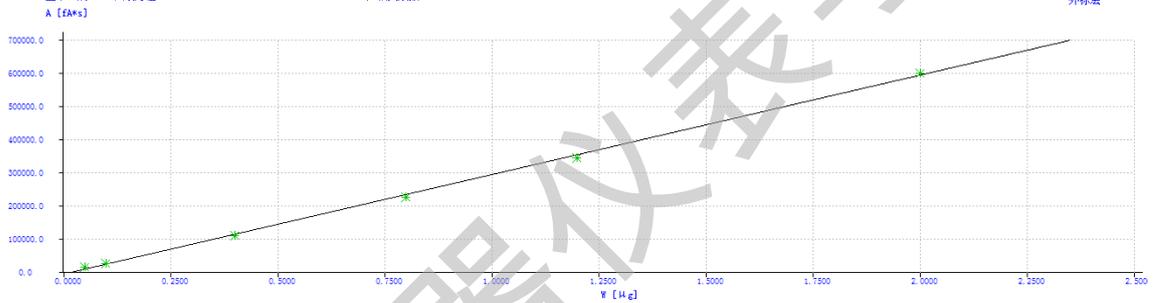
异辛醇： 曲线方程： $A = -4160.300293 + 254646.968750 \cdot W$ ， 相关系数： 0.99911

外标法



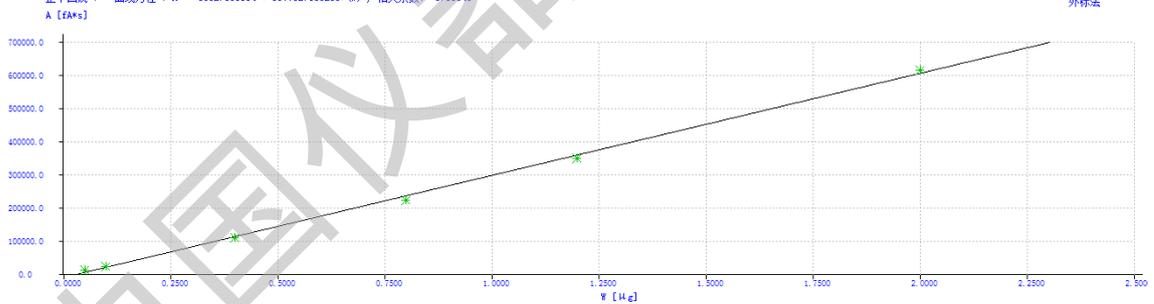
正十一烷： 曲线方程： $A = -5407.415527 + 299953.843750 \cdot W$ ， 相关系数： 0.99910

外标法



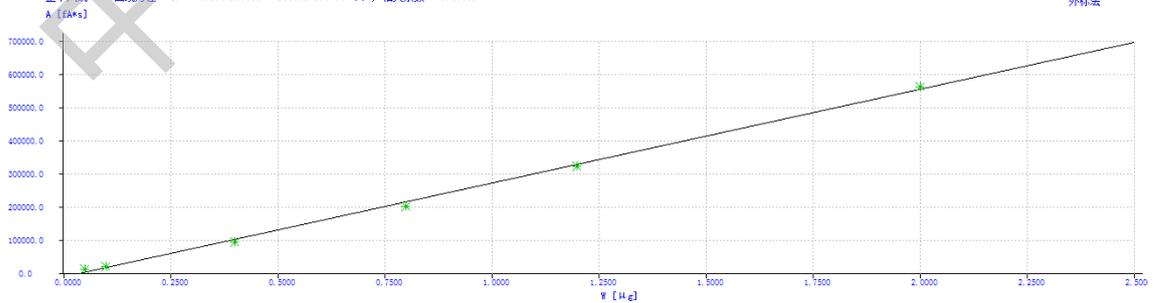
正十四烷： 曲线方程： $A = -9032.961914 + 307732.156250 \cdot W$ ， 相关系数： 0.99840

外标法

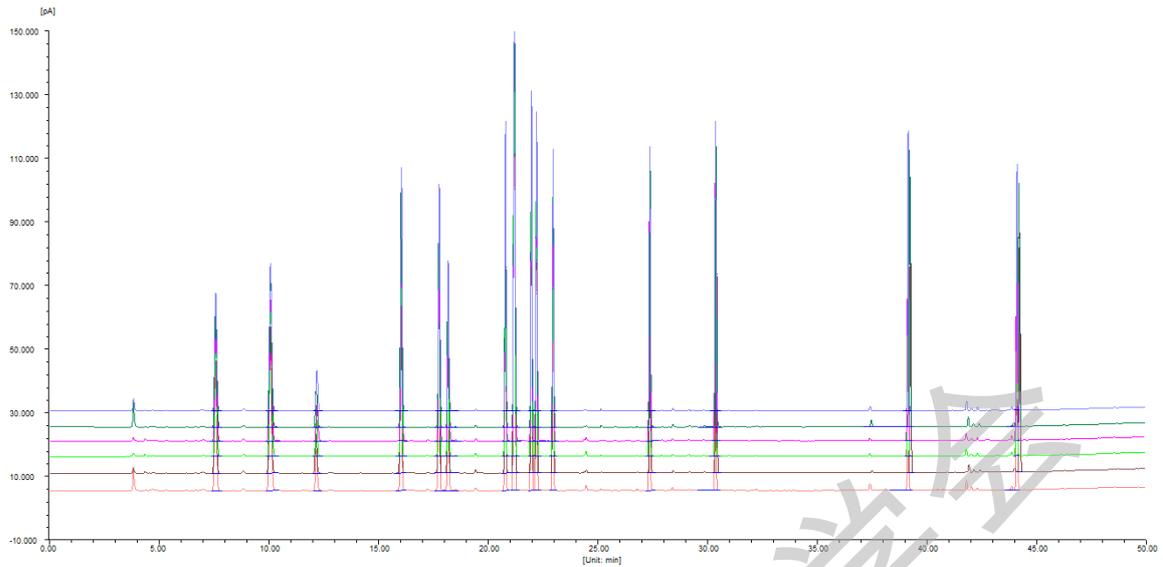


正十六烷： 曲线方程： $A = -10294.257813 + 283340.218750 \cdot W$ ， 相关系数： 0.99799

外标法



6.3 重复性谱图结果和相关系数 (1.2 ug)

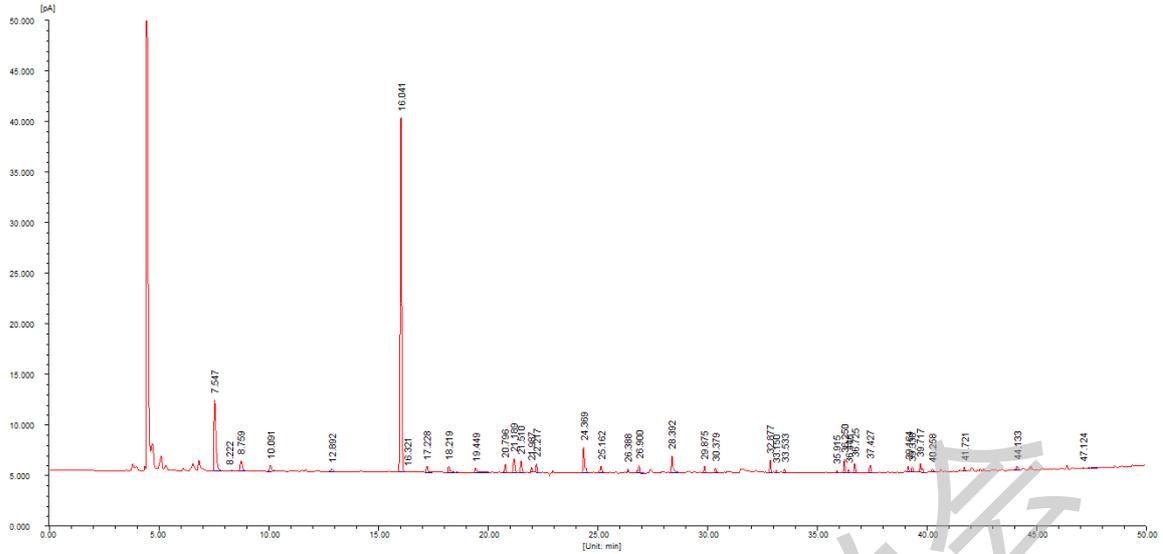


序号	组分名	平均时间(min)	时间RSD%	平均面积[A*s]	面积RSD%	平均峰高[A]	峰高RSD%	平均含量[ug]	含量RSD%	谱图数
1	正己烷	7.595	0.096	278148.9	1.6492	37732.9	2.3502	1.2160	1.6234	6
2	苯	10.092	0.089	360809.6	1.8562	46608.5	2.5516	1.2043	1.8250	6
3	三氯乙烯	12.188	0.155	73486.2	1.8825	12725.0	2.7234	1.2031	1.8687	6
4	甲苯	16.053	0.080	368914.5	1.6117	75826.3	1.9552	1.1946	1.5825	6
5	辛烯	17.782	0.055	328123.5	1.5821	71284.1	1.6083	1.2113	1.5336	6
6	乙酸丁酯	18.184	0.048	203244.1	1.7152	46304.3	2.0678	1.2178	1.6718	6
7	乙苯	20.800	0.027	368578.8	1.3496	90821.3	1.6585	1.1869	1.3166	6
8	间, 对二甲苯	21.212	0.028	753246.0	1.3378	123547.3	1.6469	2.3794	1.3083	6
9	苯乙烯	21.985	0.024	387174.0	1.3858	100677.7	1.4197	1.1901	1.3567	6
10	邻二甲苯	22.222	0.023	371878.4	1.3219	93811.5	1.6726	1.1837	1.2893	6
11	壬烷	22.973	0.023	326711.3	1.5910	82370.4	1.7665	1.2758	1.6004	6
12	异辛醇	27.384	0.045	307186.1	1.2605	82235.3	1.5740	1.2227	1.2437	6
13	正十一烷	30.387	0.065	351737.1	1.6100	90575.2	2.0349	1.1907	1.5856	6
14	正十四烷	39.186	0.118	357696.2	1.8397	88024.5	1.9221	1.1917	1.7944	6
15	正十六烷	44.158	0.138	329803.3	1.9705	77617.0	1.8414	1.2003	1.9109	6

6.4 样品测定

6.4.1 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。

6.4.2 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。



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	7.547	0.096	7068.0	44659.2	13.0869	0.2112	BB
2	苯	10.091	0.107	634.5	5052.2	1.4805	0.0369	BB
3	甲苯	16.041	0.073	35095.4	163808.7	48.0022	0.5424	BB
4	乙酸丁酯	18.219	0.070	693.3	4197.0	1.2299	0.0554	BB
5	乙苯	20.796	0.065	871.4	4007.6	1.1744	0.0416	BB
6	间, 对二甲苯	21.987	0.061	528.0	2030.2	0.5949	0.0588	BB
7	苯乙烯	22.217	0.062	870.3	3650.4	1.0697	0.0360	BB
8	正十一烷	30.379	0.062	575.1	3038.0	0.8903	0.0282	BB
9	正十四烷	39.164	0.061	595.0	2279.3	0.6679	0.0368	BB
10	正十六烷	47.124	0.076	125.7	1272.2	0.3728	0.0408	BB
11	以甲苯计未知峰	---	---	20589.0	107257.8	31.4306	0.3626	---
总计:				67645.8	341252.6	100.0000	1.4506	

V=10.000 L, T= 34.00 °C, P=101.30 kPa, 空白=0.6001 μg, 总TVOC=0.0956 mg/m³

苯空白=0.0360 μg, 苯含量=0.0001 mg/m³

甲苯空白=0.1108 μg, 甲苯含量=0.0485 mg/m³

二甲苯空白=0.0385 μg, 二甲苯含量=0.0023 mg/m³