

便携式气相色谱仪在室内环境检测中的应用

刘建龙^{1,2} 张国强¹ 陈友明¹ 韩杰¹ 郝俊红¹

(1 湖南大学土木工程学院; 2 株洲工学院土木工程系)

摘 要: 气相色谱仪是检测室内挥发性有机物浓度常用仪器。本文介绍了一种便携式气相色谱仪, 包括其外形特点, 软件构成和使用方法, 包括样品处理及进样方法、分离方法、检测方法和数据处理方法等, 最后给出了应用实例。

关键词: 便携式气相色谱仪 挥发性有机物 室内空气品质

Applying a Handy Gas Chromatograph Instrument in Indoor Environment Detection

Liu Jianlong^{1,2}, Zhang Guoqiang¹, Chen Youmin¹, Han Jie¹ and Hao junhong¹

(1 College of Civil Engineering, Hunan University;

2 Department of Civil Engineering, Zhuzhou Institute of Technology)

Abstract: Gas chromatograph is often used to survey concentration for VOCs of indoor air. This paper introduces a handy gas chromatograph including appearance characteristics, soft construction and operation method, and also including method of sample dispose, inhale, separation inspection and data processing etc. At the end of the paper, an applying example is presented.

Keywords: handy gas chromatograph instrument; VOCs; indoor air quality

1 引言

挥发性有机污染物 (Volatile Organic Compounds-VOCs) 是对室内环境影响最为严重的有污染物之一, 这类化合物在常温下一般以蒸汽的形式存在于室内空气中^[1]。确定室内空气中这些挥发性有机污染物的种类和浓度, 是研究其对人体影响的必要条件。气相色谱法是检测 VOCs 最常用的方法。中华人民共和国《室内空气质量标准》GB/T 18883-2002 中规定的 VOCs 检测方法为气相色谱法。目前, 在检测机构中普遍使用气相色谱仪, 体积庞大, 配套设备较多, 操作复杂, 只有专业技术人员才能操作且只能在实验室使用。本文介绍一种使用方便的便携式气相色谱仪, 可用于现场检测室内空气中的挥发性有机物。

2 仪器简介

该款美国产的便携式气相色谱仪主要用于进行现场分析, 如室内空气品质监测、有机挥发物排放监测和事故应急监测等。便携式气相色谱仪与其它色谱仪的主要区别在于其可携带和使用方便。该仪器重量轻, 仅有 13.6kg; 体积小, 长×宽×高为 49.5cm×34.3cm×16.5cm, 检测人员能够方便地携带到现场 (见图1)。其附属设备少, 只有一台笔记本电脑, 一个整流电源 (使用时可不带), 因为仪器内部可充电, 充

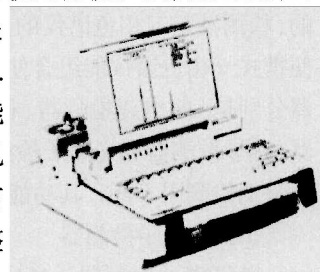


图1 便携式气相色谱仪

收稿日期: 2003-5-5 采稿日期: 2003-8-17

作者简介: 刘建龙(1974-), 男, 在读博士; 湖南大学土木工程学院(410082); 0731-8821312; E-mail: jlliu@chinahvaer.com

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50078020); 国家科技攻关计划课题(2002BA806B02);

国家教育部高校青年教师教学科研奖励计划项目



电池使用时间在4个小时左右。仪器内部可充装载气,充装好后可使用两天。

3 软件构成与使用方法

便携式气相色谱仪与其它色谱仪一样,它具有一个完整的气相色谱分析程序,主要包含有以下四个部分:

- ①样品处理及进样方法;
- ②分离方法;
- ③检测方法;
- ④数据处理方法。

3.1 样品处理及进样方法

进行气相色谱分析,载气是必不可少的。本仪器使用的载气为高纯度(99.999%)的氩气。便携式气相色谱仪内部带有充装载气的装置,使用之前可把载气充入仪器内部。便携式气相色谱仪对样品处理及进样方法与其它仪器不同,不需要另外的采样装置(如采样管)和顶空装置。不需要对样品进行预处理,仪器直接对现场空气进行采样。采样时由内载气带入内部毛细管柱,采样时间可自定,一般设为10秒钟。

3.2 分离方法

进样结束后,仪器开始对样品进行分离和检测。分离主要是在色谱柱中进行,当载气带着被测气体进入色谱柱时,不同组分在色谱柱中停留时间不同且不同色谱柱有不同的分离效率^[2],该便携式气相仪使用的色谱柱为一根长30米的毛细管柱,对室内挥发性有机气体分离效果较好。

3.3 检测方法

对组分的检测主要是通过色谱仪内部的检测器进行的,检测器是气相色谱仪的一个重要部件,本文介绍的便携式气相色谱仪能组合使用五种检测器。这5种检测器分别是:氦电离检测器、微氦电离检测器、电子捕获器、热导检测器和光离子检测器。不同检测器对不同组分最低检测限不同,其功能分别如下:

①微氦离子检测器

微氦离子检测器(MAID)是一种小体积,高灵敏度的氦离子检测器。和毛细管色谱柱联用比较理想,该检测器的最低检测限达1ppb级。MAID没有使用寿命的限制,它克服了其它检测器使用寿命短的缺点。可以很方便的检测出室内空气品质中所有的挥发性有机物,如《室内空气质量标准》GB/T 18883-2002

中规定的甲醛、苯、甲苯和二甲苯。

②氦电离检测器

氦电离检测器(AID)提供了电离电位在11.7eV或以下的有机化合物的灵敏度检测。这些化合物包括卤代甲烷和卤代乙烷例如,四氯甲烷和1,1,1-三氯乙烷。这些都是普通现场检测不能很好检测的物质,而且含量低至ppb级的其它碳氢化合物也能检测。它还可以很容易的转电子捕获器进行工作。

③热导检测器

热导检测器(TCD)主要是用来检测100ppm到百分数量级浓度范围的天然气。

④光离子检测器

光离子检测器(PID)用一个紫外灯电离并检测电离电位10.6eV或以下的碳化合物,其检测限接近1ppb级。

⑤电子捕获检测器

电子捕获检测器(ECD)是一种选择性检测器,仅用来检测卤代烃、多氯联苯、杀虫剂和硝基化合物。它的检测限可低达1ppt级。

检测器要根据被测对象的性质来选用,不同的检测对象选用不同的检测器。如果主要用来检测室内空气中的有机物,则常选用高灵敏度的微氦离子检测器。

3.4 数据处理方法

数据处理在色谱检测中非常重要,因为它决定所测数据的准确性。便携式气相色谱检测仪携带有计算机程序分析软件,软件界面见图2所示。进行分析之前简单介绍气相色谱仪对被分析组分的定量与定性,即确定未知组分的种类与浓度。

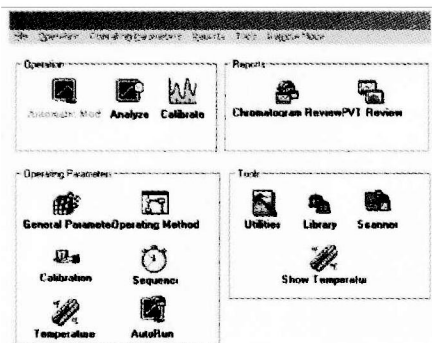


图2 便携式气相色谱仪软件界面

①便携式气相色谱仪的定性

定性分析的目的是确定样品中的一些未知组分,在色谱分析中就是要确定色谱图中一些未知的色谱峰代



表的物质。色谱分析中的定性主要是依据特性不是很强的保留时间,这需要和已知的标准物质的保留时间进行比对。由于保留时间完全相同的两个色谱峰可能代表不同的物质,因此最终准确确定色谱图中某个峰代表的物质需要一些辅助技术。下面简单介绍色谱分析中常用的两种定性方法^[3]。一是利用保留时间定性,在色谱分析中利用保留时间定性是最基本的定性方法,其基本依据是两种相同的物质在相同的色谱条件下应该有相同的保留时间。但是,相反的结论却不成立,即在相同的色谱条件下,具有相同的保留时间的两个物质不一定是同一种物质。这就使得采用保留时间定性时必须十分慎重。二是联机定性,气相色谱分析具有很高的分离效能,但它不能对已分离的每一组分进行直接定性。有时利用保留时间定性,也常因找不到对应的已知标准物质而发生困难,加之很多物质的保留时间十分接近,甚至相同,常常影响定性结果的准确性,这时就可以采用联机定性。用“四大谱”的质谱法、红外光谱法、紫外光谱法和核磁共振波谱法对有机化合物进行定性,“四大谱”特别适用于单一组分(纯物质)的定性。因此,将气相色谱分析与这些仪器联用,就能发挥各自方法的长处,很好地解决组成复杂的混合物的定性问题。如果利用保留时间定性发生困难,可用此方法进行定性。

便携式气相色谱仪主要是用保留时间来定性,在进行定性时不会产生像上面提到的定性错误,因为仪器本身带有大量的不同条件下的各种有机物保留时间库文件,对各种物质在不同色谱条件下的保留时间都进行了大量的实验和比对,所以只要对照其保留时间库文件就可以避免产生定性错误。

②便携式气相色谱的定量

定量分析就是要确定样品中某一组分的准确含量。色谱定量分析与绝大部分的仪器定量分析一样,是一种相对定量方法,而不是绝对定量方法。它是根据仪器检测器的响应值与被测组分在某些条件限定下成正比的关系来进行定量分析的。也就是说,在色谱分析中,在某些条件限定下,色谱峰的峰高或峰面积(检测器的响应值)与所测组分的数量(或浓度)成正比。因此,色谱定量分析基本公式为:

$$W_i(C_i)=f_i A(h_i)$$

其中: W_i ——组分*i*的质量;

C_i ——组分*i*的浓度;

f_i ——组分*i*的校正因子,与检测器的性质有关和被测组分的性质有关;

A_i ——为组分*i*的峰面积;

h_i ——为组分*i*的峰高。

在色谱定量分析中,要得到可靠的定量分析结果,必须能准确地测定检测器的响应值——峰面积(A_i)或峰高(h_i)和校正因子(f_i)。峰高和峰面积通过软件计算。

便携式气相色谱仪通过分析采样时得到的所有化合物的保留时间和峰积分值并与标准物浓度进行比较鉴别和定量分析后得到准确的测量结果,这些都是在其配备的软件下自动进行的,只要设定好了参数,软件可自动分析出测量数据。

4 应用实例

2003年7、8月,作者使用便携式气相色谱仪对长沙一些民用住宅进行了VOC检测,得出到了许多重要的数据。下面介绍该仪器在其中某个居民楼室内进行VOC检测的过程。在使用之前,给仪器充好电并加入载气后将仪器在现场按图1组装好后,打开仪器进入分析程序(程序界面见图2)。再进入校准程序(见图3)之后对仪器进行校准。本仪器使用的校准气体为国家环境保护总局标准样品研究所所标定的气体,该标气中含有已知浓度的苯(5.80ppm)和甲苯(5.90ppm)。标准气体通过标气进样口进入仪器,通过程序分析得出色谱图(见图4)。从图中,通过比较色谱仪所带保留时间可知第3个峰代表苯,浓度为5.80ppm,第四个峰代表甲苯,浓度为5.90ppm。校准时除可以选用ppm作为度量单位之外,可以用选用mg/m³、%和ppb作为度量单位如(图3所示),只需在其附带的软件里面进行相应地选择后,再把标准气体对应的已知浓度数值代入。对仪器进行校准以后,即可进行现场采样检测,10分钟之后得到测量结果(如图5所示)。图5是使用气相色谱仪现场检测长沙某住宅室内空气中苯和甲苯含量时的界面,从图中绿线的第1峰和第2峰可知,该住宅室内苯和甲苯的含量分别为0.02和0.03ppm。可见使用很方便,只要设定参数后可连续在同一环境下进行监测。但是,仪器在使用之前必须校准,否则测量数据会产生误差。

5 结语

气相色谱仪以往在暖通空调领域使用很少。但

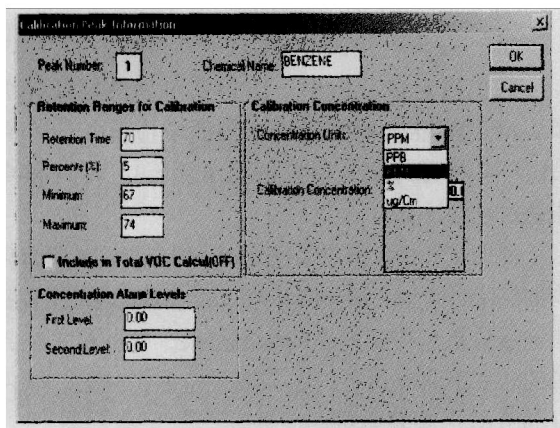
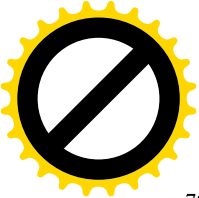


图 3 校准程序

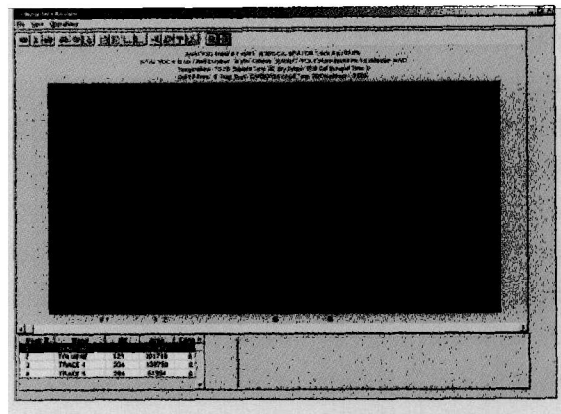


图 5 现场分析图

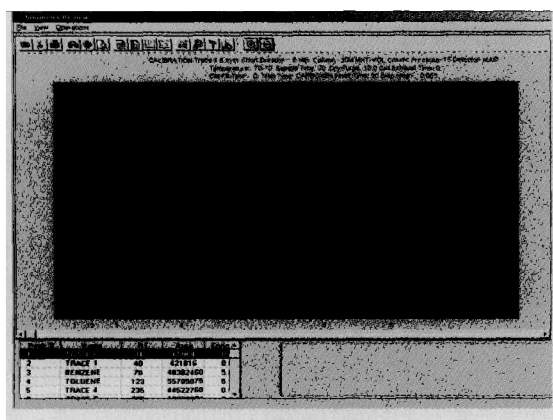


图 4 气相色谱校准图

是,随着人们对室内空气品质研究的不断深入,又不可避免的需要使用气相色谱仪来分析室内环境中的挥发性有机物。只有知道室内环境中各种污染物浓度的大

小,才能对室内环境进行进一步了解与研究。便携式气相色谱仪由于仪器本身独特的优势,很适合进行室内环境的现场室内空气质量监测。便携式气相色谱仪能够得到实时的数据,故便携式气相色谱仪在室内环境研究中的应用将越来越广泛,所以作者先简单介绍便携式气相色谱仪在室内环境检测中的一些应用经验

参考文献

- [1] 张国强等. 挥发性有机化合物对室内空气品质影响研究进展. 暖通空调, 2001, 31(6): P25~31
- [2] 吴烈钧. 气相色谱检测方法. 北京: 化学工业出版社, 2000.
- [3] 江正范. 色谱定性定量. 北京: 化学工业出版社, 2000.
- [4] 宋广生. 室内环境质量评价及检测手册. 北京: 机械工业出版社, 2002.
- [5] 周中平、赵寿堂、朱立等. 室内空气污染检测与控制. 北京: 化学工业出版社, 2002.

· 简 讯 ·

全国锅炉压力容器标准化技术组织成立

全国锅炉压力容器标准化技术委员会于2003年11月18日在北京成立。有关人士称,这是在国家标准化管理委员会成立后,按国际惯例组建的第一个专业技术委员会。

技术委员会成立后,将主要开展建立符合我国国情和历史发展阶段、符合WTO/TBT协议原则、与国际接轨的压力容器标准体系,完成锅炉、压力容器和压力管道重要产品标准的制修订工作。并以提高水平、适应市场、完善配套、解决需求为主要任务,尽快建立高素质、高水平的锅炉压力容器标准化工作的专业队伍,努力开创标准化工作的新局面。

锅炉压力容器属于政府强制管理的产品。但同时,锅炉压力容器属于装备制造业,是技术劳动密集型产品,在国际市场上有一定的竞争力。不少业内专家认为,我国有国际竞争力的锅炉压力容器企业并不多,而压力设备标准也与世界先进水平有一定差距,因而制约了其国际竞争力。这些差距主要表现在压力设备标准体系不健全、标准的内容和要求中缺乏对新技术的包容性以及有的标准不符合贸易原则等方面。

为此,全国锅炉压力容器标准化技术委员会主任委员朱焜在成立大会上表示,建立符合世界贸易组织规则的压力设备标准体系,将是这一届委员会面临的一个重要任务。