

利用顶空气相色谱方法检测环境中的挥发性有机物分析

王晓颖

(辽宁万益职业卫生技术咨询有限公司, 辽宁 鞍山 114222)

摘要 本文主要分析了利用顶空气相色谱方法检测环境中的挥发性有机物, 因为处理化工生产区域土壤挥发有机物的样品具有较大的难度, 很多因素都会影响到检测结果, 通过利用顶空气相色谱方法检测环境中的挥发性有机物, 有利于保障监测结果符合国家标准, 而且利用的检测方法具有简便性, 并且具有较高的可行性, 不会引发挥发损失问题, 保证分析工作的灵敏性, 有利于高效地监测化工生产区土壤污染, 提出针对性的污染防治措施, 旨在对实际工作起到参考作用。

关键词 顶空气相色谱方法; 环境; 挥发性有机物

中图分类号: X83

文献标识码: A

文章编号: 1007-0745(2023)04-0013-03

化工行业不断发展, 化工原料和有机溶剂中广泛利用挥发性有机物, 向环境中排放废水和废气以及废渣, 大部分的挥发性有机物将会提高人体致癌率, 因此需要加强检测挥发性有机物。目前挥发性有机物检测难度较大, 例如在监测纺织品中挥发性有机物可以利用固相微萃取法, 这种方法具有灵敏性优势, 但是样品处理难度较大。但是顶空气相色谱法比较简单, 易于上手, 在实际工作中得到广泛应用。因此, 本文分析了利用顶空气相色谱方法检测环境中的挥发性有机物, 可以有效监测土壤中挥发性有机物的浓度和加标回收率以及精密度等, 不仅可以提高整体监测效率, 而且可以为制定相关法律法规提供参考依据^[1]。

1 顶空气相色谱方法的应用特点

1.1 普适性

利用顶空气相色谱方法不仅可以检测液体, 而且可以分析固体, 同时可以分析单组份挥发性气样, 也能实现复杂性有机挥发物质的分离。

1.2 操作快速

利用顶空气相色谱方法的过程中, 可以向气相色谱仪中送入挥发性气态样品, 可以节省大量的工作时间, 提高整体工作效率, 而且可以降低实验人员的工作, 无需耗费较多的精力准备实验^[2]。

1.3 检测限较低

对比普通气相色谱法, 顶空气相色谱方法的检测

限比较低, 即使挥发性物质的含量较低, 也可以保障检测结果的精确性。

2 土壤挥发性有机物概述

2.1 概念

挥发性有机物指的是在常温状态中, 饱和气压超过 133.32Pa, 在常压状态中, 沸点处于 50℃~260℃, 在常温常压下容易挥发。挥发性有机物具有不稳定的性质, 挥发后与紫外线的作用, 产生化学反应, 形成二次污染物, 产生光化学烟雾, 会危害人体健康。相关化合物具有较长的寿命, 天气变化将会扩散飘逸化合物, 融合到水和土壤中, 导致生态环境因此受到影响^[3]。

2.2 特点

1. 挥发性: 挥发性有机物具有挥发性, 如果满足气压和土壤温度等条件, 将会快速挥发, 进入大气中, 严重危害环境, 产生较大的污染。

2. 隐蔽性: 土壤中的挥发性有机物具有隐蔽性特征, 通常是隐藏于土壤中, 此外也可在一些有机物中隐藏。因为挥发性有机物的隐藏性特征, 会加剧危害。

3. 持久性: 挥发性有机物进入大气中, 将会提高清除难度, 不断提升挥发量之后, 将会逐渐提高挥发性有机物的浓度, 最终会产生严重的污染问题, 导致人类的人体无法正常承受^[4]。

4. 毒害性: 挥发性有机物具有较高的毒性, 不仅会污染环境, 而且会严重威胁人们的身体健康。

表1 挥发性有机物检测方法性能指标

序号	检测项目	保留时间 /min	精密度 /%	回收率 /%
1	氯甲烷	4.650	1.7~2.3	76.2
2	氯乙烯	4.875	1.2~2.3	79.2
3	1,1- 二氯乙烯	6.860	1.3~2.2	108.2
4	二氯甲烷	7.490	0.7~2.2	96.9
5	反式 -1,2- 二氯乙烯	7.870	0.6~3.3	99.8
6	1,1- 二氯乙烷	8.405	1.7~2.6	113.7
7	顺式 -1,2- 二氯乙烯	9.125	1.9~2.3	107.1
8	三氯甲烷	9.485	0.9~2.7	109.5
9	1,1,1- 三氯乙烷	9.790	0.6~3.9	109.5
10	四氯化碳	10.015	1.3~2.8	90.9
11	1,2- 二氯乙烷	10.24	1.6~2.8	98.5
12	苯	10.255	1.1~2.4	115.9
13	氟苯	10.555	1.4~3.9	98.5
14	三氯乙烯	11.020	1.2~2.4	110.8
15	1,2- 二氯丙烷	11.295	0.6~2.9	101.1
16	甲苯	12.570	1.3~3.3	90
17	1,1,2- 三氯乙烷	13.010	1.4~2.9	94.6
18	四氯乙烯	13.270	1.1~3.6	111.3
19	氯苯	14.295	1.5~2.2	105.9
20	1,1,1,2- 四氯乙烷	14.360	1.3~2.6	93
21	乙苯	14.380	0.7~1.9	112.9
22	对 / 间 - 二甲苯	14.510	1.2~2.2	97.2
23	邻 - 二甲苯	15.005	1.6~2.7	97.1
24	苯乙烯	15.015	1.1~2.2	98.4
25	1,1,2,2- 四氯乙烷	15.730	1.6~2.4	99.8
26	1,2,3- 三氯丙烷	15.820	1.8~2.3	105.9
27	1,4- 二氯苯	17.025	1.4~2.6	99.4
28	1,2- 二氯苯	17.475	1.5~2.9	108.2

3 利用顶空气相色谱方法检测环境中的挥发性有机物分析

3.1 实验部分

3.1.1 仪器设备

气相色谱仪, 气相色谱质谱联用, 动 / 静顶空制备仪, 包括顶空瓶和密封垫及自动进样器。

选用优级纯 NaCl 和 H₃PO₄, 色谱纯甲醇。用超纯

水制备仪器制备超纯水。此外需要准备挥发性混合溶液标准样品^[5]。

3.1.2 土样制备

针对某石化污水库下游有污染的表土, 在 0cm~20cm 的土壤中选样。经冻干后, 研磨过筛。

3.1.3 仪器条件

设置色谱柱初温 38℃, 保持 1.8min, 10℃ /min 升至 120℃, 再以 15℃ /min 升至 240℃, 保持 3min。载

气选用高纯氮, 载气流速为 $1.6\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。进样口温度为 250°C , 分流进样。

设定顶空进样系统中炉的温度为 60°C , 传输线温度为 80°C , 定量管的温度为 70°C 。加压时间 0.2min , 控制平衡时间 10min , 利用 1min 完成进样工作, 进样量在 3mL 范围内^[6]。

3.1.4 基质改正液

利用基质改正液, 可以使溶液离子强度提高, 同时可以控制挥发性有机物的溶解度, 合理选用基质改正液。基质改正液制备, 首先向空白试剂中加入 H_3PO_4 , 控制溶液 pH 值为 2, 加入 NaCl 。

利用挥发性有机物标准溶液, 配制标准系列。校准曲线指的是在甲醇中加入一定浓度的标准溶液, 通过混合之后融合到改正液中。

调节 pH 值为 3, 在顶空瓶中加入 NaCl 。外标法建立各组分线性标准工作曲线, 分析不同组分线性相关系数。在土壤挥发性有机物测定阶段, 通过挥发性有机物, 有利于结合土壤挥发性有机物的特征, 合理选择有机物测定方式, 有利于深入分析相关结果, 顺利开展相关工作^[7]。

3.1.5 测试步骤

称取 2g 土壤样品于顶空瓶中, 加入基质改正液, 随后烘烤 2h , 再密封, 放置到进样器托盘中。在样品检测前设置色谱条件, 通过保留时间和质谱库定性, 峰面积定量。

为了避免在处理过程中污染样品, 可以利用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 洗液浸泡实验中利用的玻璃器皿, 注意控制浸泡时间超过 12h , 随后再利用蒸馏水冲洗。每组样品需要重复上述步骤三次, 最后取均值, 在确定结果的时候需要去除空白, 随后选取均值^[8]。

3.2 结果分析

3.2.1 定量定性分析

在顶空瓶中装入实验用样品, 结合仪器参考条件测定, 利用质谱定性。挥发性有机物保留时间具体情况详见表 1。

通过利用色谱柱有效分离挥发性有机物, 落实回归计算工作, 确定不同组分的回归系数在 0.995 以上, 说明这种方法可以达到良好的线性关系。

3.2.2 精密度和准确度

在基质改正液中加入石英砂, 依次加入不同体积标准溶液和替代物, 确定标准品浓度, 按照样品测定

过程测定, 计算得精密度和回收率。挥发性有机物方法性能指标具体情况详见表 1。

3.2.3 实际样品测量

在土壤中广泛存在挥发性有机物, 但是并不会包含全部的挥发性有机物, 在样品测定过程中可以利用顶空气相色谱-质谱法和普通气相色谱法。对比普通气相色谱法, 气相色谱-质谱法可以更容易识别土壤中的挥发性有机物中的组分, 为定性分析提供便利。

在实际工业生产过程中, 考虑生产成本可推广利用顶空气相色谱法, 这种方法操作过程简单, 成本低, 有利于技术人员高效监测土壤污染。

4 结语

测定土壤挥发性有机物的过程中, 需要保障测定方法的合理性, 优化整体测定效果。顺利落实实验活动, 进一步提高测定水平。在测定土壤挥发性有机物的时候可以利用顶空气相色谱方法, 有效控制挥发性有机物的挥发损失, 保证环境挥发性有机物分析的灵敏性, 对于工业实际生产提供参考, 有效治理污染问题, 优化整体生产条件。

参考文献:

- [1] 张志远, 宋辉, 朱昱. 顶空气相色谱-质谱联用法测定食品中的亚硫酸盐含量 [J]. 山东化工, 2022, 51(21): 142-146.
- [2] 李慧莲. 顶空-气相色谱法测定饮用水中三氯甲烷的影响因素探究 [J]. 清洗世界, 2022, 38(10): 55-57.
- [3] 郭莲秀, 马芳, 曹静静. 顶空-气相色谱法测定城镇生活污水中氨氮方法改进 [J]. 化学工程师, 2022, 36(10): 31-34.
- [4] 刘军. 顶空气相色谱法测定饮用水中三氯甲烷和四氯化碳的方法 [J]. 化工管理, 2022(22): 72-75.
- [5] 金伟斌, 陈礼峰, 唐倩倩, 等. 顶空气相色谱法测定生脉注射液中甲醛和乙醛的含量 [J]. 中国合理用药探索, 2022, 19(06): 115-120.
- [6] 孙利荣, 陈安, 张晓妍, 等. 顶空气相色谱法测定石杉碱甲合成中间体中基因毒性杂质碘甲烷 [J]. 中国药师, 2022, 25(06): 1095-1098.
- [7] 李忠煜, 周俊林, 赵江华. 顶空气中氨氮氨气相色谱测试方法及在氨资源调查中的应用 [J]. 西北地质, 2022, 55(03): 267-273.
- [8] 郭玉华. 顶空气相色谱法测定水中苯系物方法优化研究 [J]. 黑龙江环境通报, 2022, 35(02): 50-53.