

LC-15C 测定室内空气中的甲醛含量

LC-136

摘要：本文建立了一种使用岛津 LC-15C 系统测定室内空气中甲醛含量的方法。样品经过 DNPH 捕集管采集，乙腈洗脱，过滤后上机检测。使用外标法绘制甲醛的校准曲线，线性范围宽，校准曲线的相关系数均在 0.999 以上。对 50 $\mu\text{g/L}$ 甲醛含量的标准工作液连续测定 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.021% 和 0.226%，显示仪器精密度良好。

关键词：LC-15C 室内空气甲醛

随着社会经济发展和人们生活水平的提高，室内装修已成为一种时尚，而建筑装饰材料引起的室内环境污染问题却日益严重。越来越多的装修污染事件触动了人们沉睡已久的神经，其中，甲醛污染最为普遍和严重。甲醛的主要危害表现为对皮肤粘膜的刺激作用。当室内空气中甲醛达到 0.1 mg/m^3 时，就会有异味和不快感。新装修的房间甲醛含量较高，是众多疾病的主要诱因。因此，有必要对室内空气中的甲醛含量进行监测，及时预防由于甲醛含量超标而产生的健康危害。

目前，测定样品中甲醛含量的方法主要有分光光度法、电化学法、化学发光法、荧光法和色谱法等。本文应用高效液相色谱法检测甲醛含量，直接使用 DNPH 捕集管采集样品，即可完成 2, 4-二硝基苯肼 (DNPH) 与甲醛的衍生化反应，极大地简化了样品前处理操作，节约时间成本。该方法简便、快速、精密度好、准确度高、抗干扰能力强，可用于室内及公共场所空气中甲醛的测定。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津 LC-15C 液相色谱系统，包括 LC-15C Pump \times 2(输液泵)，SIL-16(自动进样器)，CTO-15C(柱温箱)，SPD-15C(紫外检测器)，DGU-20A5(在线脱气机)，LabSolutions 色谱工作站。

1.2 色谱条件

流动相：乙腈 / 水溶液 (75/25, v/v)

流速：1.0 mL/min

色谱柱：Inertsil ODS-SP, 4.6 mm i.d. \times 250 mm L., 5 μm

进样体积：10 μL

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：360 nm

洗脱方式：等度洗脱

1.3 样品制备

标准溶液配制：

准确量取 50 μL 甲醛 -DNPH 标准品 (1000 mg/L)，加入适量乙腈溶剂，配制对应甲醛含量为 50 mg/L 的标准储备液，于 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保存。用乙腈稀释成浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$ 、5 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、500 $\mu\text{g/L}$ 和 1000 $\mu\text{g/L}$ 不同浓度的标准工作液。

1.4 样品前处理方法

在采样地点，将捕集管开封，连接捕集管、泵、气体流量计，在 1L/min 的流速下，采集 30 min，密封捕集管。在样品处理间，使用 5 mL 乙腈，以 1mL/min 的流速，将捕集管中甲醛的腙衍生物洗脱至量杯 (5 mL)。在洗脱液里加入乙腈至量杯的刻度线，密封震荡混匀后，过滤膜上机检测。

结果讨论

2.1 甲醛 -DNPH 标准样品色谱图

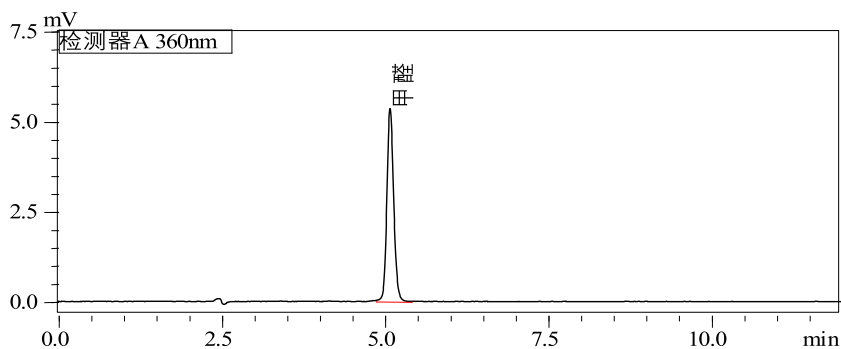


图1 甲醛-DNPH标准样品分析色谱图 (100 µg/L)

2.2 线性范围

将 2.5 µg/L、5 µg/L、10 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、500 µg/L 和 1000 µg/L 不同浓度的双氰胺标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 2 所示；所得校准曲线线性关系良好，线性方程为 $Y = (385.278)X + (36.8516)$ ；相关系数 $R=0.9999$ 。

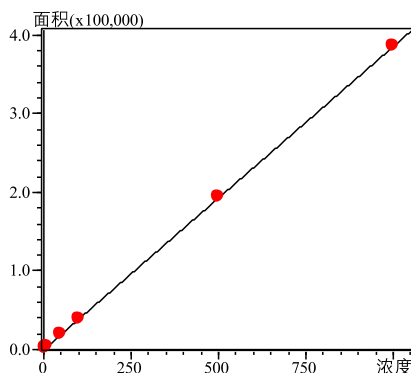


图2 甲醛的校准曲线

2.3 精密度实验

对 50 µg/L 甲醛含量的标准溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，色谱图的重复性结果如图 3 所示，保留时间和峰面积的重复性结果如表 2 所示。结果显示：不同浓度标准品保留时间和峰面积的相对标准偏差分别 0.021% 和 0.226%，仪器精密度良好。

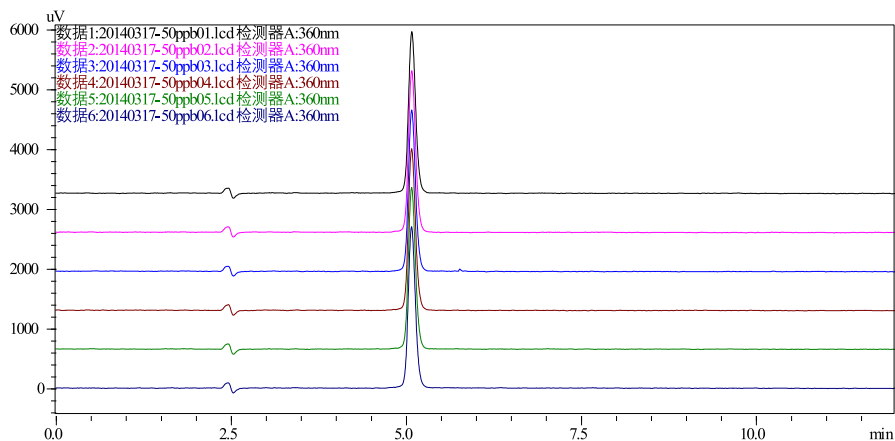


图3 重复性考察色谱图

表1 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

No.	保留时间 (min)	峰面积
1	5.091	19,251
2	5.090	19,370
3	5.089	19,298
4	5.089	19,264
5	5.088	19,330
6	5.088	19,308
RSD%	0.021	0.226

2.4 样品分析结果

将分别从客厅，主卧室和儿童室采集到的样品按照 1.4 样品前处理方法处理后，上机测试，所得色谱图如图 4~图 6 所示，扣除空白样品中甲醛含量，所得分析结果见表 3。

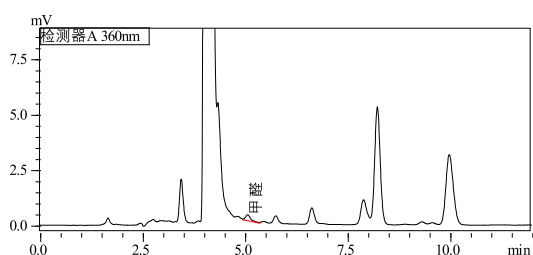


图4 空白样品分析色谱图

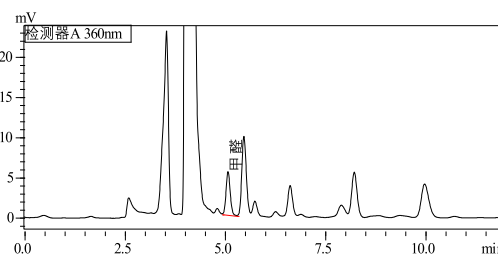


图6 主卧室样品分析色谱图

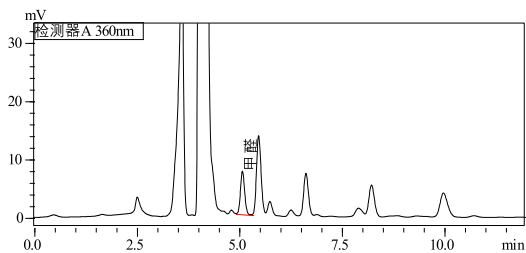


图5 儿童室样品分析色谱图

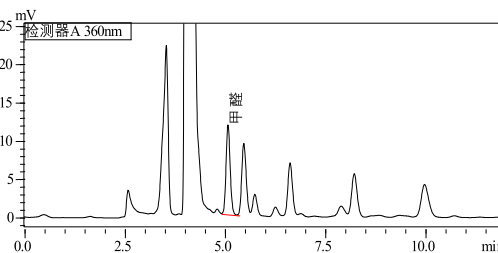


图7 客厅样品分析色谱图

表2 室内空气中的甲醛含量分析结果

样品名称	甲醛含量分析			
	实测浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	甲醛总量 (μg)	采样体积 (m^3)	室内甲醛含量 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
儿童室	0.109	0.544	0.030	18.1
主卧室	0.076	0.380	0.030	12.7
客厅	0.185	0.924	0.030	30.8

结论

本文建立了使用岛津 LC-15C 液相色谱系统测定室内空气中甲醛含量的方法。该方法使用 DNPH 捕集管直接完成样品的采集和衍生化反应，极大地简化了样品前处理操作，具有简便、快速、精密度好、准确度高特点。