

离子色谱法测定博物馆空气中短链脂肪酸

LC-250

摘要：本文建立了一种使用离子色谱法测定博物馆空气中短链脂肪酸的方法。在采样点利用酸性气体主动法实地采样，用 IC-16 进行定性定量分析。结果显示甲酸，乙酸线性良好，标准曲线相关系数均 ≥ 0.999 ；100 ng/mL 混标溶液连续分析 6 次，保留时间 RSD < 0.064%，峰面积的 RSD < 0.62%；低、高浓度加标样品回收率在 99.8% ~ 113.8% 之间，相对标准偏差 < 2.59%，方法准确可靠；检出限在 1.605-2.849 ng/mL 之间，定量限在 5.351-9.496 ng/mL 之间。该方法重现性好，灵敏度高，可用于博物馆空气中短链脂肪酸的测定。

关键词：离子色谱 博物馆空气 短链脂肪酸

近年来科研人员研究发现气态污染物是博物馆藏环境下危害最大的一个因素，其中短链脂肪酸是一类主要的酸性污染气体。短链脂肪酸中最常见的为甲酸，乙酸。而文物库房的文物处于长期封闭状态，更使得污染物不断富集，且长久伴随文物，危害严重。因此对有害气体进行检测并且找出文物保存最佳的大气条件是文物保护单位亟待解决的问题。

博物馆微环境中的主要酸性污染气体，可通过主动采样方法，通过氢氧化钠吸收液吸收；再采用离子色谱测定和计算吸收液中甲酸、乙酸的浓度。本文利用离子色谱仪 IC-16 建立了测定博物馆空气中的主要短链脂肪酸甲酸、乙酸的定性定量分析方法，该方法操作简捷、重复性好，可获得博物馆一些典型展柜和库房空气中甲酸乙酸气体浓度数据，为博物馆文物保存环境评价提供依据。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用 Essentia IC-16 系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-20Alite

输液泵：Essentia LC-16i

检测器：CDD-10A vp

柱温箱：Essentia CTO-16L

脱气机：DGU-20A3R

自动进样器：Essentia SIL-16i

抑制器：AS-1000

色谱工作站：LabSolutions Essentia

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shodex IC SI-36 4D (150 mm × 4.0 mm I.D., 3.5 μ m; P/N: F6999361)

流动相：8 mM 氢氧化钾

检测器：33°C

流速：0.7 mL/min

洗脱方式：等度洗脱，采集时间 14 min

抑制电流：15 mA

柱温：30°C

进样量：50 μ L

1.3 样品前处理

在馆藏环境的采样点，采用吸收液吸收采集空气样品得到采样吸收液，过 0.22 μ m 滤膜，上机测定。

1.4 标准曲线制备

用去离子水配制 10 μ g/mL 甲酸、乙酸的单标储备液，用去离子水稀释成系列混标标准溶液，其中混标浓度分别为 10、50、100、500、1000、2000 ng/mL，上机测定。

■ 结果与讨论

2.1 标准谱图及标准曲线

甲酸，乙酸标准溶液色谱图如图 1 所示。标准曲线信息见表 1。实验结果显示，两种短链脂肪酸在 10~2000 ng/mL 的浓度范围内，线性相关性良好，线性相关系数 R 均高于 0.999。

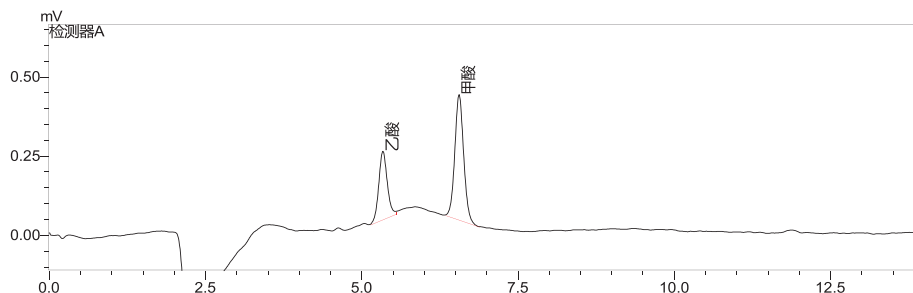


图 1 有机酸混标溶液（甲酸，乙酸浓度为 100 ng/mL）色谱图

表 1 两种有机酸工作曲线及相关系数

NO.	名称	线性范围 (ng/mL)	线性方程	相关系数
1	甲酸	10~2000	$Y = (33.9637)X + (383.024)$	0.9999
2	乙酸	10~2000	$Y = (17.2233)X + (465.925)$	0.9998

2.2 重复性考察

100 ng/mL 的有机酸混标溶液连续 6 针进样，其中保留时间 RSD 范围为 0.064%~0.072%，峰面积 RSD 范围为 0.62%~1.69%，结果的重复性良好，汇总如表 2 所示

表 2 有机酸混标溶液保留时间和峰面积的重复性 (n=6)

化合物	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)
甲酸	0.064	1.69
乙酸	0.072	0.62

2.3 检出限和定量限

对目标物浓度为 10 ng/mL 标准溶液进样分析，分别以 3 倍信噪比 (S/N=3) 和 10 倍信噪比 (S/N=10) 确定其检出限和定量限，结果如表 3 所示。

表 3 两种有机酸的检出限和定量限

No.	名称	检出限 (ng/mL)	定量限 (ng/mL)
1	甲酸	1.605	5.351
2	乙酸	2.849	9.496

2.4 实际样品测定及回收率

按照 1.3 收集样品，对采样吸收液进行检测。其中未检出甲酸、乙酸。色谱图见图 2。向采样吸收液中加入甲酸与乙酸的混标。加标浓度分别为 50 ng/mL 与 2000 ng/mL，每个浓度进行 3 次平行，并对测试结果进行统计分析 (表 4)。从表 4 可以看出，两种有机酸的加标回收率为 99.8% ~ 113.8%，本方法准确度好。

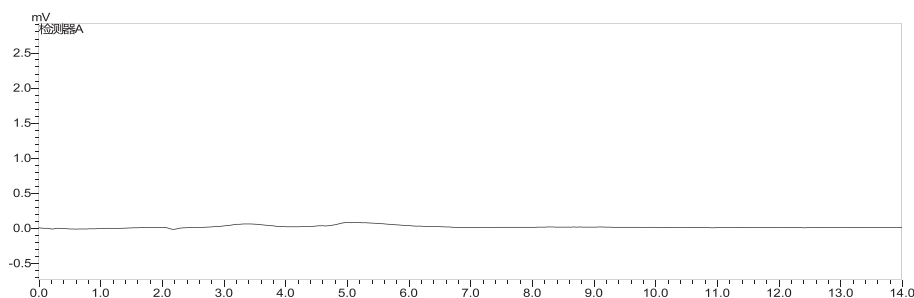


图 2 采样吸收液色谱图

表 4 采样吸收液加标不同浓度回收率结果 (n=3)

No.	名称	加标浓度 (ng/mL)	加标回收率 (%)			回收率均值	加标回收率 RSD%
			重复 1	重复 2	重复 3		
1	甲酸	50	112.7	114.4	114.4	113.8	0.83
		2000	101.8	102.0	101.8	101.9	0.10
2	乙酸 -	50	97.3	100.1	102.5	100.0	2.59
		2000	99.4	99.9	100.0	99.8	0.34

■ 结论

本实验中使用岛津离子色谱仪 (IC-16)，搭载阴离子电化学自再生膜抑制器，建立了一种对博物馆空气中主要短链脂肪酸甲酸、乙酸的测试方法。实验结果表明：该方法校准曲线线性、仪器保留时间及峰面积的重现性、灵敏度均良好，可以为定性、定量分析博物馆空气中主要短链脂肪酸甲酸、乙酸提供准确、有效的检测方法。

岛津应用云

