

T-C复合吸附管采样检测空气中苯系物研究

王鸣

广东省建设工程质量安全检测总站有限公司

摘要: GB 50325-2020新增了用T-C复合管采样检测空气中TVOC的新方法, T-C复合管对苯系物有良好的吸附率, 本文设计了T-C复合管对空气中不同浓度苯系物采样吸附率、解吸残留率以及全步骤检测回收率实验, 并通过实际工程对比试验了活性炭管法、Tenax-TA管法、T-C复合管法检测空气中苯系物, 结果表明, T-C复合管方法对空气中苯系物有优良的采样吸附率、解吸残留率和检测回收率, 实际工程中数据结果与标准仲裁法活性炭管法非常接近, 是一种理想的空气中苯系物检测方法。

关键词: 苯系物; 活性炭法; T-C复合管法; 吸附率; 解吸残留率; 回收率

【DOI】10.12254/j.issn.2096-6539.2022.14.095

一、前言

空气中有害污染物一直是人们关注的焦点, 其中苯系物由于具有较强的挥发性, 且对人类健康能够产生直接危害^[1]。研究表明, 苯系物具有神经毒性(引起神经衰弱、头痛、失眠、眩晕、下肢疲惫等症状)和遗传毒性(破坏DNA), 长期接触可以导致人体患上贫血症和白血病^[2]。

GB 50325-2020新增了用T-C复合管(Tenax-TA与石墨化炭黑的复合吸附剂)采样检测空气中TVOC的新方法^[3], 空气中苯、甲苯、二甲苯的采样仲裁法依然沿用GB 50325-2010附录F的活性炭管采样法, 该方法是准确度最好的检测方法之一, 但该方法存在活性炭吸附剂吸附水份, 经常导致气相色谱 FID 检测器熄火, 从而检测失败的风险。Tenax-TA 吸附剂对 TVOC 中的二甲苯、乙苯、苯乙烯、乙酸丁酯等中等沸点的物质和十一烷、十六烷等高沸点的物质有优良的吸附和解吸性能, 但对较低沸点的物质, 吸附能力明显不足, 且随采样温度不同吸附率大幅度变化, 方法准确度受到很大影响。潘红指出: 无法将Tenax-TA采样吸附管测得的苯系物数据作为苯系物指标的检测报告值^[4]。

GB 50325-2020新增了用T-C复合管采样检测空气中TVOC的新方法, T-C复合管中的吸附剂为Tenax-TA与石墨化炭黑的复合吸附剂, 石墨化炭黑经英国国家物理实验室等世界顶级实验室证实对苯有优良的吸附及解吸性能, 其能够弥补Tenax-TA 吸附剂对低沸点物质吸附能力弱的不足。因此T-C复合管理论上对空气中苯系物有良好的吸附效果, 本文试图通过设计相关实验, 以验证T-C复合管法对空气中苯系物检测的可行性。

二、材料与方法

(一) 材料与仪器

苯、甲苯、二甲苯、苯乙烯混合标准气体(0.01~0.45mg/m³), 外径6.35 mm, 内径4.95 mm, 长89.0 mm的不锈钢管内填充60~80目200 mg 2, 6-对

苯基二苯醚多孔聚合物吸附剂的Tenax TA吸附管。外径6.35 mm, 内径4.95 mm, 长89.0 mm的不锈钢管内分层填充60~80目的175 mg 2, 6-对苯基二苯醚多孔聚合物吸附剂和75 mg石墨化炭黑-X吸附剂的T-C复合吸附管。外径6.35 mm, 内径4.95 mm, 长89.0 mm的不锈钢管内填充20~40目活性炭150mg的活性炭吸附管。^[5]

气相色谱仪(Agilent 8860), 美国安捷伦公司; 热解吸仪(TurboMatrix 150), 美国珀金埃尔默公司; 恒流气体采样器(EM-1500), 深圳国技仪器有限公司; 电子皂膜流量计(GGL-103A), 上海洪柯自动化仪表公司。

(二) 动态标准气体装置

图1为本实验所采用的动态标准气体装置及采样示意图, 主要由空气调温调湿装置、标准气体混合装置、控温湿微型标准气体室、气体采样及排气装置等部分组成。动态标准气体装置在整个运行过程中, 可同时控制温度(±2℃)、相对湿度(±8%)和目标组分浓度(±5%)。

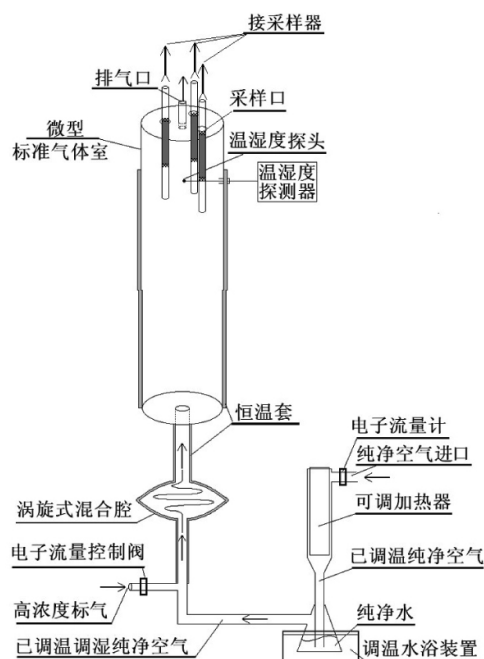


图1 动态标准气体室及采样示意图

(三) 实验方法

活性炭吸附管、Tenax TA吸附管和T-C复合吸附管分别在290℃和载气(N₂)流量100 mL/min条件下活化30 min作为实验取样用吸附管。采样时按照气流方向连接采样器, 垂直放置采样管(如图1), 以0.5 L/min的系统采样流量(采用流量计校准系统采样流量)采样20 min; 同时做空白对照。采样后的吸附管样品进行热解吸气相色谱法检测分析^[6]: 先将吸附样品通过热解吸经

290℃条件下解吸5 min后,解吸气体直接通入气相色谱进行色谱分析,以保留时间定性、峰面积定量。

实验条件:二甲基聚硅氧烷毛细管柱(60m×0.32 mm, 1.0 μm);升温程序(初始温度50℃,保持10 min,升温速率5℃/min,升温至250℃,保持2 min);检测器温度:250℃。

三、结果与讨论

(一) 采样吸附率实验

为了证明T-C复合管对苯系物的良好吸附性,设计了在常温常湿(温度 25~35℃,相对湿度 40~70%)条件下,不同苯系物浓度(浓度为 0.01~0.45mg/m³)下,复合吸附管对苯系物的采样吸附率实验,实验结果见表1。

表1: 复合吸附管在不同浓度条件下采样吸附率 (6平行的平均值)

浓度 (mg/m ³)	苯	甲苯	乙苯	对间二甲苯	苯乙烯	邻二甲苯
0.01	100.0	99.8	100.0	100.0	99.8	99.8
0.05	99.7	100.0	100.0	99.9	100.0	100.0
0.10	99.9	100.0	99.9	99.8	100.0	99.9
0.20	99.9	99.9	100.0	99.9	100.0	99.9
0.45	99.9	100.0	99.8	100.0	100.0	100.0

由表1可见,常温常湿条件下,T-C复合管对苯、甲苯、二甲苯、乙苯、苯乙烯有很好的吸附率,其中,对苯的吸附率在99.7%~100%范围内,甲苯的吸附率在99.8%~100%范围内,乙苯的吸附率在99.8%~100%范围内,对间二甲苯的吸附率在99.8%~100%范围内,苯乙烯的吸附率在99.8%~100%范围内,邻二甲苯的吸附率在99.8%~100%范围内,各条件下,全部目标物的吸附率均在99.5%以上。

(二) 样品解吸残留率实验

高且稳定的解吸率是方法关键因素之一,为此,我们研究了目标物含量、解吸温度对新方法解吸率影响及解吸率稳定性影响。结果如表2所示:

表2的结果表明:物质含量0.24~3.6 μg,解吸温度为 270℃~300℃时,苯、甲苯、二甲苯、乙苯、苯乙烯的解吸率均在99%以上,且不受温度、物质含量因素影响,解吸很完全。因此,可以认为,用复合吸附管采样苯系物,解析率较好,完全达到试验要求。

(三) 全步骤检测回收率实验

合理的回收率是衡量方法准确度的因素之一,为此,我们研究了常温常湿、不同苯系物浓度条件下,全步骤检测回收率实验,检验过程的检测回收率及偏倚。结果如表3所示:

表2: 复合吸附管不同物质含量、不同解吸温度下解吸残留率 (%) (6平行的平均值)

解吸温度 (°C)	物质含量 (μg)	平行实验次数	苯	甲苯	乙苯	对间二甲苯	苯乙烯	邻二甲苯
280	0.24	6	0.7	0.3	0.0	0.0	0.1	0
280	0.72	6	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0
280	3.60	6	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0
290	0.24	6	0.5	0.3	0.0	0.0	0.0	0
290	0.72	6	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0
290	3.60	6	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0
300	0.24	6	0.1	0.2	0.0	0.0	0.0	0
300	0.72	6	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0
300	3.60	6	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	0

表3: 各浓度条件下全步骤检测回收率及偏倚 (6平行的平均值)

浓度 (mg/m ³)	苯	甲苯	乙苯	对间二甲苯	苯乙烯	邻二甲苯
	回收率					
0.01	107.9	106.7	100.0	103.1	101.2	103.5
0.05	105.1	104.5	100.0	104.4	104.4	104.3
0.10	108.2	108.0	104.3	108.7	108.1	108.8
0.20	105.4	107.2	100.3	103.4	102.7	104.1
0.45	107.0	105.3	98.5	101.7	98.6	101.8
偏倚 (%)	3.0	4.5	4.2	4.2	3.0	4.5

由表3可知, 苯系物浓度为 $0.01\sim 0.45\text{mg}/\text{m}^3$, 常温常湿采样条件下苯、甲苯、二甲苯、乙苯、苯乙烯5种化合物回收率范围为98.5%~108.8%, 即不同条件标准样品制备-热解吸气相色谱法测定苯系物方法的回收率为98.5%~108.8%; 精密度范围为3.0%~4.5%、平均值3.9, 综合表明T-C复合吸附管-热解吸气相色谱法测定苯系物方法的准确度比较理想。

经过对T-C复合管对苯系物的吸附率、解析率、全步骤检测回收率实验, 发现在实验条件下用T-C复合采

样吸附管测得的苯系物数据非常理想, 具备直接作为苯系物指标的检测报告值的可行性。

(四) 实际工程检测对比实验

为进一步提高说服力, 验证结果的准确性, 选取了几个实际工程进行验证, 采用方法A (GB50325-活性炭管方法)、方法B (GB50325-Tenax-TA管方法)、方法C (T-C复合管方法) 三种方法进行对照实验, 实验结果见表4。

由表4可知, 方法B测得的苯含量偏低, 也进一步证

表4: 实际工程检测结果 (mg/m^3)

工程	方法	苯	甲苯	乙苯	对间二甲苯	苯乙烯	邻二甲苯
工程1	A	0.013	/	/	/	/	/
	B	0.009	0.063	0.057	0.081	0.000	0.064
	C	0.013	0.058	0.043	0.084	0.000	0.041
工程2	A	0.018	/	/	/	/	/
	B	0.011	0.100	0.412	0.099	0.000	0.036
	C	0.018	0.11	0.039	0.091	0.000	0.024
工程3	A	0.013	/	/	/	/	/
	B	0.011	0.094	0.030	0.062	0.000	0.028
	C	0.014	0.079	0.031	0.073	0.000	0.036
工程4	A	0.072	/	/	/	/	/
	B	0.046	0.110	0.046	0.108	0.000	0.025
	C	0.076	0.111	0.037	0.088	0.000	0.029
工程5	A	0.028	/	/	/	/	/
	B	0.015	0.035	0.012	0.013	0.019	0.000
	C	0.030	0.048	0.016	0.017	0.020	0.000

明了Tenax-TA 吸附剂对苯吸附力不足, 方法A与方法C的苯加测结果很接近, 证实了T-C复合管对苯系物优越的吸附能力。

四、结论

1、T-C复合管方法对空气中苯系物有优良的采样吸附率和解吸残留率。

2、实际工程中, T-C复合管采样检测空气中苯系物测试结果与国标仲裁法活性炭法非常接近, 是一种理想的空气中苯系物检测方法。

参考文献

[1] 室内空气中苯系物污染现状及控制措施[J]. 蔡

锐锋. 环境与发展. 2017 (03).

[2] 陕西省公共场所空气中苯污染状况及其健康风险评估[J]. 贾茹, 郑晶利, 丁勇. 环境卫生学杂志. 2021 (03).

[3] GB 50325-2020. 民用建筑工程室内环境污染控制规范[S]. 2020.

[4] 《Tenax-TA不能替代活性炭用于空气中苯采样的吸附剂》[J]. 朱小红, 潘红, 马二琴, 康怡平. 工程质量. 2006 (12).

[5] T/CECS 539-2018. 室内空气中苯系物及总挥发性有机化合物检测方法标准[S]. 2018.