

顶空 -GCMS 法测定表面活性剂中挥发性有机化合物

GCMS-513

摘要： 本文使用岛津气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX 结合顶空自动进样器 HS-20 NX 建立了表面活性剂（洗洁精）中挥发性有机化合物（VOCs）定量方法。以甲苯的响应系数计算沸点低于 250°C（以己二酸二乙酯保留时间为标记）的有机化合物浓度，在 1.0-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，甲苯标准曲线线性相关系数 R 为 0.999，线性关系良好。重复性实验中，取浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲苯标准溶液连续进样 6 次，峰面积 RSD% 为 4.28%，重复性良好。实际样品测试以某市售洗洁精为样品，挥发性有机化合物测定结果为 301.7 $\mu\text{g}/\text{g}$ 。实验结果表明：此方法操作简单，可为表面活性剂中挥发性有机化合物的测定提供参考。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 顶空进样 表面活性剂 挥发性有机化合物

技术特点：

- ❖ 以甲苯响应系数计算保留时间小于己二酸二乙酯保留时间的所有有机化合物的浓度，操作简单。
- ❖ HS-GCMS 法灵敏度高，结果可靠。

按照世界卫生组织的规定，挥发性有机物（VOCs）为沸点在 50°C ~250°C，室温下饱和蒸气压超过 133.32 Pa，在常温下以蒸汽形式存在于空气中的一类有机物，如芳香烃、脂肪烃、卤代烃、醛类和酮类等。这类物质一般化学性质稳定，具有高挥发性，易被皮肤、黏膜吸收，具有强致癌、致突变性，会对生态环境系统和人类健康产生严重的影响。

洗洁精生产过程中，为降低目标溶液的表面张力，提高清洗能力，部分生产企业可能会在配制表面活性

剂的过程中，加入一定量的 VOCs 物质，存在着对人类健康的影响和潜在的环境危害。因此，对洗洁精中 VOCs 含量监测变得尤为重要。

本文利用 GCMS-QP2020 NX 结合 HS-20 NX，参照 GB/T 35862-2018《表面活性剂 挥发性有机化合物残留量的测定 顶空气相色谱质谱联用法》建立了洗洁精中挥发性有机化合物的检测方法。本方法具有高灵敏度，操作简单等特点，可为表面活性剂中挥发性有机化合物的含量检测提供参考。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪
HS-20 NX 顶空自动进样器

1.2 分析条件

顶空条件：

恒温炉温度：	80°C	进样量：	1 mL
样品流路温度：	150°C	传输线温度：	160°C
恒温时间：	30 min		

GCMS 条件：

色谱柱：	DB-624 (30 m×0.32 mm×1.8 μm)		
柱温程序：	40°C (2 min)_12°C /min_100°C _30°C /min_250°C (3 min)		
进样口温度：	230°C	离子化方式：	EI
流速控制方式：	恒压模式	离子源温度：	200°C
柱流量：	2.5 mL/min	接口温度：	240°C
进样方式：	分流进样	检测器电压：	调谐电压
分流比：	50:1	采集模式：	Scan 方式，m/z 35-300

1.3 样品前处理

准确称取 0.2 g 待测洗洁精样品于 20 mL 顶空瓶中，并加入 10 μ L 标记物己二酸二乙酯 (1000 μ g/mL) 工作液及 1.0 mL 超纯水，立即加盖压紧密封，待测。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

甲苯和己二酸二乙酯 (保留时间标记物) 色谱图见图 1，相关信息见表 1。

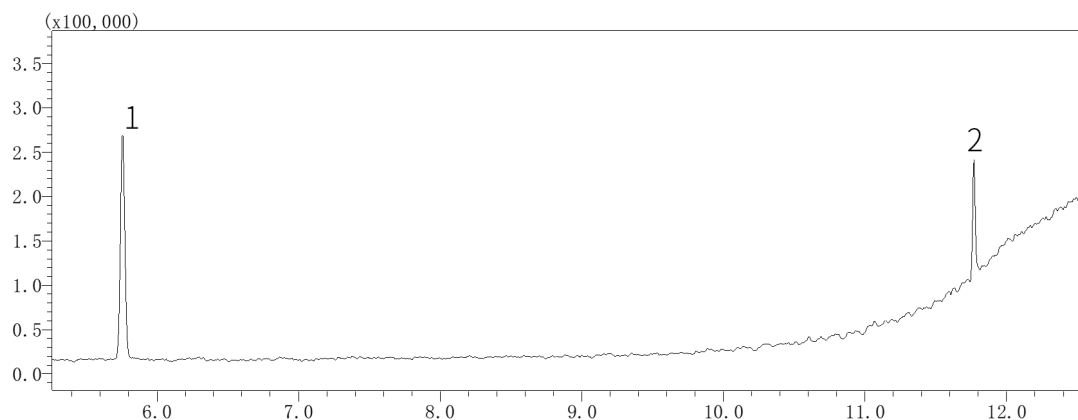


图 1 甲苯 (10 μ g) 和己二酸二乙酯 (10 μ g) 色谱图

表 1 标准化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	甲苯	Toluene	108-88-3	5.756
2	己二酸二乙酯 (标记物)	Diethyl adipate	84-76-4	11.768

2.2 标准曲线和检出限

分别取适量的甲苯标准溶液用水配制成浓度为 1.0、5.0、10、20、50 和 100 μ g/mL 的标准浓度系列，经 GCMS 分析。以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，甲苯标准曲线如图 2 所示，以浓度为 1.0 μ g/mL 的标准溶液结果计算检出限 (3 倍信噪比)，检出限结果见表 2。

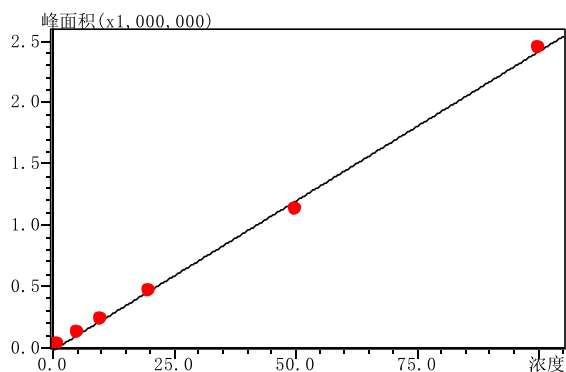


图 2 甲苯标准曲线

表 2 甲苯标准曲线浓度范围、线性相关系数和检出限

No.	化合物名称	浓度范围 (μ g/mL)	线性相关系数 R	检出限 (μ g/mL)
1	甲苯	1.0、5.0、10、20、50、100	0.999	0.016

2.3 样品重复性实验

以浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的甲苯标准溶液，连续进样 6 次，考察重复性，重复性结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD (%)
1	甲苯	33316	30553	30442	31610	32074	29595	4.28

2.4 实际样品测试

称取市售某品牌洗洁精 0.2 g，按前述样品制备过程进行处理，上机分析检测，色谱图中以保留时间小于标记物己二酸二乙酯保留时间的所有色谱峰为 VOCs，由甲苯的响应系数定量计算其含量，检测结果为 301.7 $\mu\text{g}/\text{g}$ ，样品色谱图如图 3 所示。

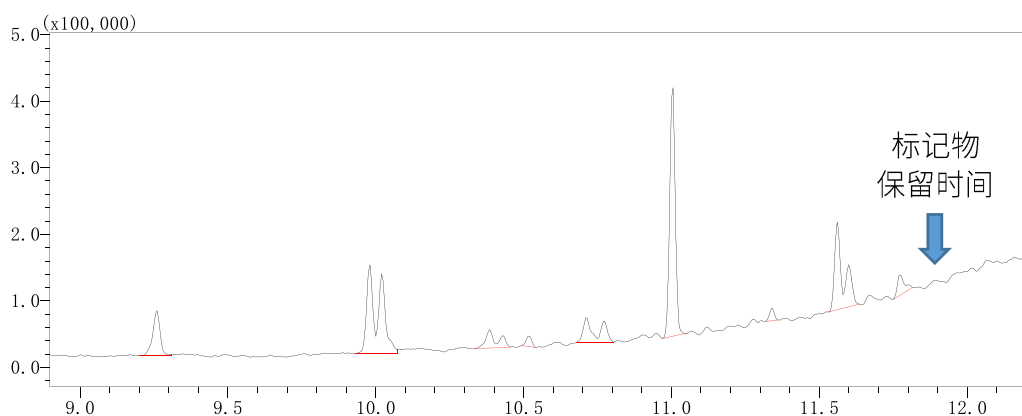


图 3 洗洁精样品色谱图

■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪结合顶空自动进样器 HS-20 NX，参考 GB/T 35862-2018《表面活性剂 挥发性有机化合物残留量的测定 顶空气相色谱质谱联用法》建立了表面活性剂中挥发性有机化合物的定量方法。实验结果表明，在 1.0-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，甲苯标准曲线相关系数为 0.999，线性关系良好。取浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准溶液，连续进样 6 次，考察重复性，峰面积的相对标准偏差 RSD% 为 4.28%。该方法操作简单，具有较高灵敏度，可为表面活性剂中挥发性有机化合物测定提供参考。

岛津应用云

