

# 气相色谱质谱联用法测定空气中挥发性有机化合物的含量

GCMS-101

**摘要：**采用活性炭吸附管对空气进行采样，二硫化碳解吸附。利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 分析空气中的 VOC 的含量。该方法线性良好，回收率控制在 70~100% 之间，RSD 小于 9%。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 挥发性有机化合物 空气

挥发性有机物 (VOC) 是一类能参加大气光化学反应的有机物，沸点在 50 ~ 260°C 之间。目前，已经鉴定出 300 多种挥发性有机物，大致可分为 8 类：烷烃类、芳烃类、烯烃类、卤代烃类、酯类、醛类、酮类和其它类。挥发性有机物易通过呼吸道、消化道和皮肤吸收产生毒害作用，引起刺激及不适症状，长期暴露可对人体产生致畸、致突变和致癌等作用。近年来，挥发性有机化合物污染的问题日益受到人们的关注和重视。

本文参照国家卫生标准 GBZ 159-2004 《工作场所空气中有毒物质监测的采样规范》，采用活性炭吸附管对空气进行采样，二硫化碳解吸附。利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 分析空气中的 VOC。该方法线性良好，回收率控制在 70~100% 之间，RSD 小于 9%。

## 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

接口温度：260°C

溶剂延迟：5 min

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-Volatiles ( 60 m × 0.25 mm × 1 μm )

进样口温度：240°C

柱温程序：38°C (3 min)\_5°C /min\_80°C (5 min)\_

5°C /min\_140°C (1 min)\_40°C /min\_270°C (6 min)

载气控制方式：恒线速度方式

线速度：25 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：10:1

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

溶剂切除时间：9.2-10.5 min

扫描范围：35~350 amu

### 1.3 样品制备

现场采样按照 GBZ 159-2004 执行。

采样：采样点，打开活性炭管(内装 50 mg 活性炭)，将采样管两端连接采样器，以 100 mL/min 的流量采集 15 min 空气样品。

样品处理：将采过样的活性炭管中的固体吸附剂倒入解吸瓶中，加入 1 mL 二硫化碳及 2 μL 内标溶液，盖紧瓶盖，涡旋混合 2 min，解吸 30 min，解吸液供分析

## 结果讨论

### 2.1 各组分的出峰谱图

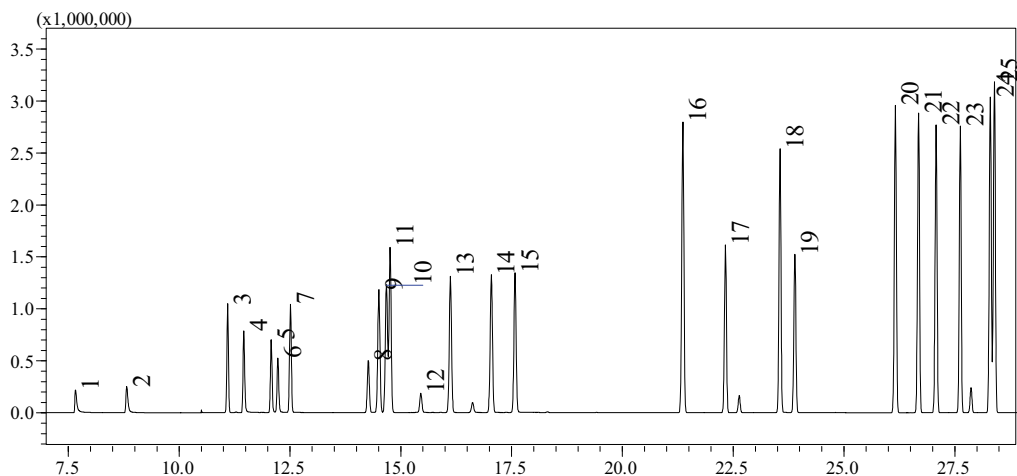


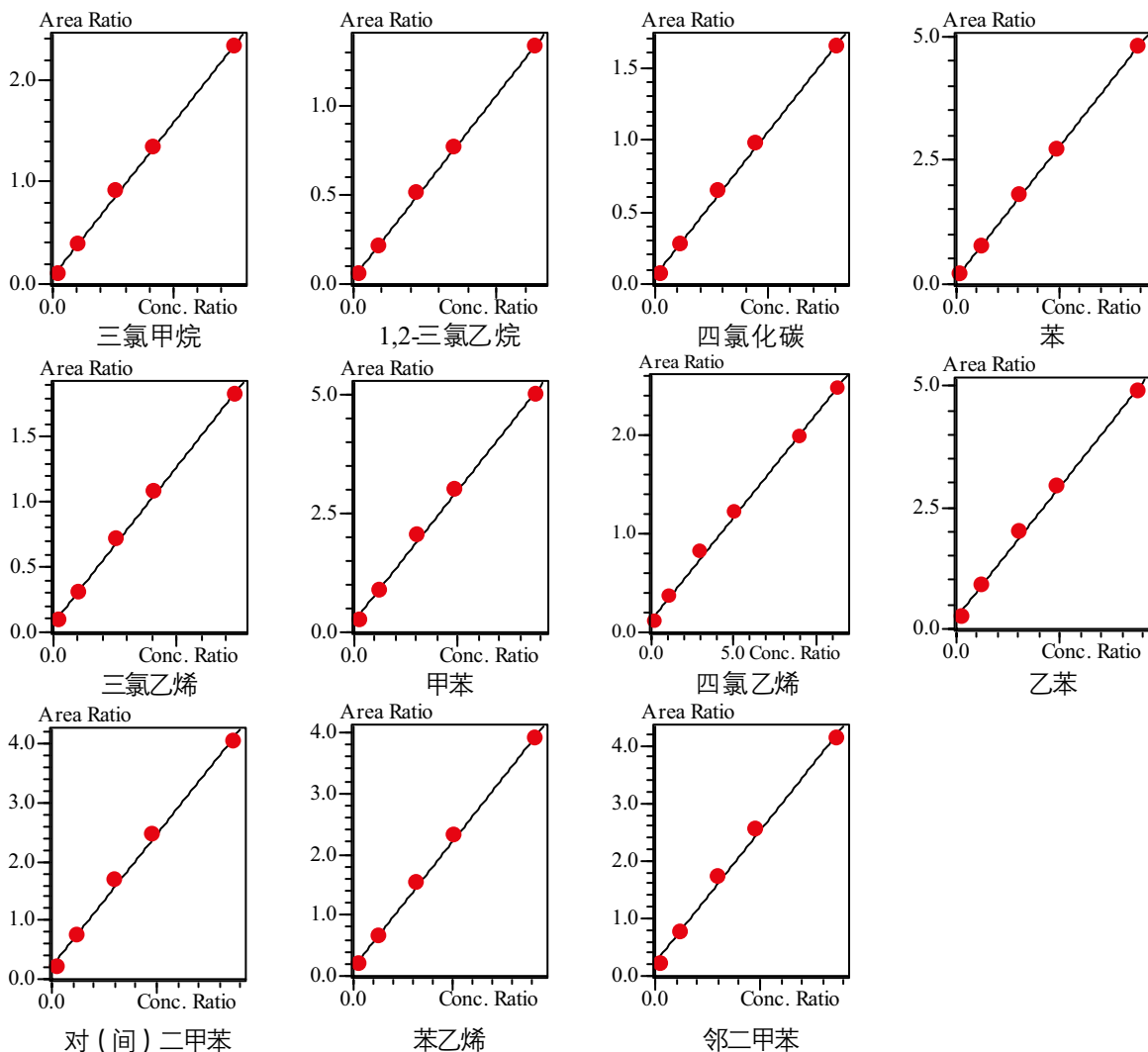
图1 标准品溶液的色谱图

表1 各组分名称、保留时间及特征离子

序号	名称	保留时间	相关系数	序号	名称	保留时间	相关系数
1	丙酮	7.725	0.9999	14	三氯乙烯	17.180	0.9992
2	乙酸甲酯	8.895	0.9998	15	乙酸丙酯	17.710	0.9991
3	己烷	11.240	0.9998	16	甲苯	21.490	0.9980
4	丁酮	11.593	0.9998	17	辛烷	22.450	0.9988
5	乙酸乙酯	12.195	0.9997	18	乙酸丁酯	23.680	0.9980
6	丙烯酸甲酯	12.355	0.9997	19	四氯乙烯	24.020	0.9980
7	三氯甲烷	12.635	0.9990	20	氯苯	26.285	0.9988
8	1,2-二氯乙烷	14.395	0.9993	21	乙苯	26.805	0.9980
9	环己烷	14.630	0.9998	22	对(间)二甲苯	27.210	0.9980
10	四氯化碳	14.811	0.9981	23	壬烷	27.755	0.9987
11	苯	14.900	0.9996	24	苯乙烯	28.432	0.9990
12	氟苯(内标)	15.580	-	25	邻二甲苯	28.530	0.9990
13	庚烷	16.255	0.9987				

### 2.2 标准曲线

配制浓度分别 2~80 mg/L 标准品混合溶液，溶剂为二硫化碳（无苯）。按照上述方法进行分析，得到各组分的标准曲线。其中，氯代烃和苯系物的标准曲线如下所示，相关组分的相关系数见表。



### 2.3 重现性和检出限

取标准曲线最低浓度点的标准溶液, 连续进样 5 次, 以 5 次进样的组分面积和内标面积比的相对标准偏差 (RSD%) 考察方法重现性, 并以此浓度点数据以 3 倍信噪比计算方法最低检出限 (MDL), 结果如下表 2 所示。

表2 重现性测试结果 (n=5)

序号	名称	RSD(%)	MDL(mg/L)	序号	名称	RSD(%)	MDL(mg/L)
1	丙酮	1.083	0.0189	13	三氯乙烯	0.955	0.0154
2	乙酸甲酯	1.440	0.0441	14	乙酸丙酯	1.771	0.0115
3	己烷	0.807	0.0073	15	甲苯	0.541	0.0044
4	丁酮	0.566	0.0157	16	辛烷	1.899	0.0133
5	乙酸乙酯	1.375	0.0743	17	乙酸丁酯	1.531	0.0183
6	丙烯酸甲酯	1.041	0.0432	18	四氯乙烯	1.305	0.0177
7	三氯甲烷	0.426	0.0171	19	氯苯	0.275	0.0062
8	1,2-二氯乙烷	0.329	0.0976	20	乙苯	0.489	0.0055
9	环己烷	0.616	0.0121	21	对(间)二甲苯	0.588	0.0088
10	四氯化碳	0.473	0.0258	22	壬烷	1.692	0.0167
11	苯	0.608	0.0075	23	苯乙烯	0.570	0.0046
12	庚烷	1.427	0.0786	24	邻二甲苯	0.684	0.0096

## 2.4 回收率及精密度测试

分别参照标准曲线低、中、高三个点的浓度，往活性炭采样管中加入一定量的标样后通高纯氮气 5 min。按照上述前处理步骤，采集室内空气 15 min。采样后，立即封闭活性炭管两端，密闭保存。解析步骤参照样品解析方法。每个浓度加标样重复测试 5 次，扣除空白本底值后计算加标回收率及相对标准偏差，结果如下表。

表3 回收率及方法精密度 (n=5)

序号	名称	平均回收率 (%)			RSD (%)		
		低浓度	中浓度	高浓度	低浓度	中浓度	高浓度
1	丙酮	75.05	71.13	74.52	8.19	1.90	5.72
2	乙酸甲酯	73.74	78.47	80.27	5.52	2.56	4.71
3	己烷	75.35	86.32	82.23	5.84	3.38	3.40
4	丁酮	70.02	75.34	74.63	8.29	4.99	4.43
5	乙酸乙酯	72.65	81.64	78.84	6.79	4.04	3.85
6	丙烯酸甲酯	73.95	80.09	80.27	5.29	2.65	2.81
7	三氯甲烷	84.34	87.41	78.63	6.82	2.97	2.82
8	1,2-二氯乙烷	82.32	84.70	75.22	7.19	1.72	3.47
9	环己烷	76.77	86.50	83.89	5.04	2.60	2.61
10	四氯化碳	82.76	87.46	76.33	6.70	1.47	2.84
11	苯	79.99	85.90	81.75	4.34	2.49	2.29
12	庚烷	83.56	88.22	82.74	3.93	2.07	2.33
13	三氯乙烯	80.58	87.60	79.60	5.30	2.14	2.74
14	乙酸丙酯	72.21	83.52	80.79	4.01	1.93	2.37
15	甲苯	87.22	90.14	80.97	5.23	2.18	2.64
16	辛烷	87.11	90.57	83.41	4.36	2.06	2.34
17	乙酸丁酯	82.99	88.31	81.64	4.25	1.97	2.70
18	四氯乙烯	93.36	91.62	78.68	4.86	2.12	3.35
19	氯苯	84.51	86.23	78.87	5.08	2.09	3.06
20	乙苯	95.14	92.97	81.30	5.05	2.21	3.08
21	对(间)二甲苯	94.66	92.06	79.92	5.24	2.27	3.24
22	壬烷	92.53	92.12	83.17	4.36	2.32	2.64
23	苯乙烯	71.60	71.06	71.12	4.28	1.77	2.76
24	邻二甲苯	89.17	89.82	78.60	5.60	2.08	3.01

## 结论

本文参照国家卫生标准 GBZ 159-2004 《工作场所空气中有毒物质监测的采样规范》，采用活性炭吸附管对空气进行采样，二硫化碳解吸附。利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 分析空气中的 VOC 的含量。该方法线性良好，回收率控制在 70~100% 之间，RSD 小于 9%。