

# 热脱附 - GCMS 法测定空气中的苯系物

## GCMS-111

**摘要：**采用 Tenax TA 采样管对大气或工作场所中的苯系物样品进行富集后，利用热脱附和 GCMS 仪联用分析并建立了苯系物含量的测定方法。在 5~200 ng 的范围内建立苯系物的标准曲线，相关系数在 0.9998 以上，平行 6 次测定苯系物保留时间 RSD 在 0.378% 以下，峰面积 RSD 在 4.44% 以下。当采样量为 3 L 时，方法最低检出限在 0.015~0.033  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  之间，定量限为 0.049~0.110  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  之间，可以用于空气中苯系物含量的快速测定。

**关键词：**GCMS 热脱附 苯系物 空气

苯系物一般是指苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间-二甲苯和对-二甲苯等的统称，苯系物是大气环境和许多污染气体中最常见的化合物。它们对人体健康都有一定的危害作用，是环境中重要的污染物。

目前我国检测环境空气中的苯系物一般采用直接进样或者常温富集-溶剂解析的前处理方法，前者的检出限高，而后者对使用的有机溶剂纯度要求高，需要硝化提纯，有一定的危害，不符合洁净生产的要求。本文采用 Tenax TA 采样管对大气或工作场所中的苯系物样品进行富集后，利用热脱附和 GCMS 仪联用分析空气中的苯系物含量。该方法检出限低、准确度和精密度都有很大提高，且方法操作简单，实用性强。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP 2010 Ultra 气质联用仪  
TD-20 热脱附仪

### 1.2 分析条件

TD 条件：

热脱附流量：60 mL/min 脱附时间：5 min  
阀温度：280℃ Trap 管冷却温度：-20℃  
Trap 管加热温度：280℃  
热脱附温度：280℃  
传输线温度：250℃

GCMS 条件：

色谱柱：Rtx-5sil ms 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$   
柱温程序：40℃ (2 min)<sub>10℃/min</sub> 280℃ (5 min)  
接口温度：280℃  
控制方式：恒线速度方式  
线速度：40 cm/sec  
分流进样 分流比：20:1  
离子源温度：230℃  
采集模式：Scan  
质量范围：33~300 amu

### 1.3 标准溶液的配制

称取一定量的苯、甲苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯和乙苯，用甲醇配置成 0.5、1、2、5、10、20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准使用液备用。

### 1.4 样品前处理方法

利用气体采样泵和 Tenax TA 采样管，以 65 mL/min 的抽速，抽取空气 3 L 后，将采样管于上述分析条件下分析。

## 结果与讨论

### 2.1 标样色谱图

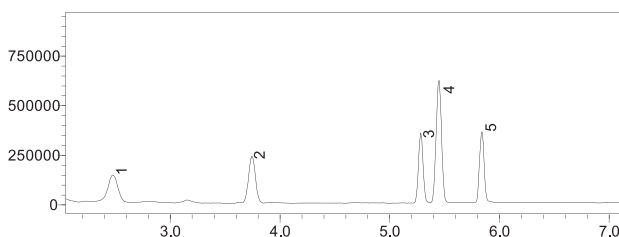


图 1 苯系物的 TIC 图 (标样浓度为 100 ng)

1、苯 2、甲苯 3、乙苯 4、对、间二甲苯 5、邻二甲苯

### 2.2 标准曲线

在 30~50 mL/min 的氮气流量下，在 Tenax TA 采样管中注入 10  $\mu\text{L}$  上述配置好的各标准溶液，各采样管中组分质量分别为 5、10、20、50、100、200 ng，于上述分析条件下分析。以浓度为横坐标，以物质的响应值为纵坐标，建立标准曲线，如图 2~ 图 6 所示，以三倍基线噪音作为物质的检出限，十倍基线噪音作为物质的定量限，各物质的相关系数、检出限及定量限见表 1。

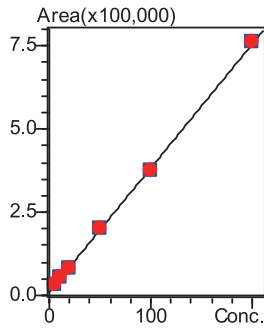


图 2 苯

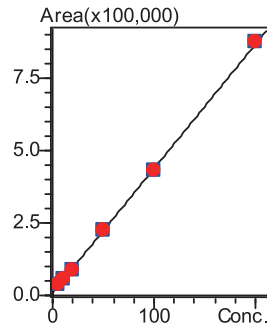


图 3 甲苯

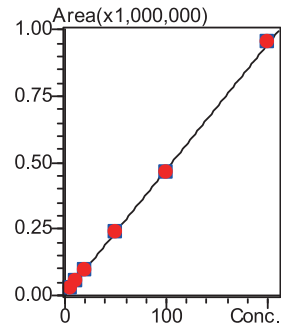


图 4 乙苯

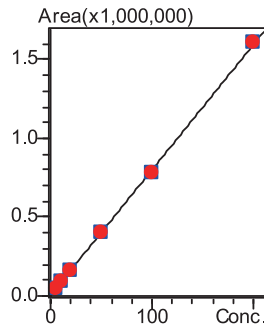


图 5 对、间二甲苯

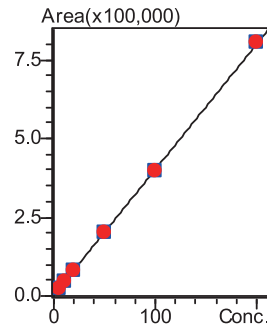


图 6 邻二甲苯

表 1 苯系物的相关系数、检出限及定量限

No.	化合物名称	R	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	定量限 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )
1	苯	0.9998	0.033	0.110
2	甲苯	0.9998	0.024	0.080
3	乙苯	0.9998	0.022	0.072
4	对、间二甲苯	0.9999	0.015	0.049
5	邻二甲苯	0.9999	0.025	0.082

### 2.3 重现性实验

在 30~50 mL/min 的氮气流量下，注入 10  $\mu\text{L}$  标准溶液（浓度：5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）于 Tenax TA 采样管中，各组分质量均为 50 ng，平行处理 6 根采样管，进样分析后，得到结果的保留时间及峰面积重现性结果见表 2 和表 3。

表 2 保留时间重现性结果

No.	化合物名称	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
1	苯	2.477	2.477	2.481	2.463	2.465	2.458	0.378
2	甲苯	3.746	3.746	3.750	3.737	3.736	3.737	0.161
3	乙苯	5.285	5.285	5.287	5.281	5.280	5.277	0.071
4	对、间二甲苯	5.449	5.449	5.452	5.446	5.445	5.442	0.065
5	邻二甲苯	5.840	5.841	5.842	5.835	5.834	5.831	0.076

表 3 峰面积重现性结果

No.	化合物名称	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
1	苯	232744	236046	225949	246134	255931	236593	4.44
2	甲苯	272683	271137	261573	270201	271393	254139	2.77
3	乙苯	275418	272670	272001	275173	281032	262889	2.18
4	对、间二甲苯	462258	458809	458096	461144	468499	438814	2.20
5	邻二甲苯	231368	230932	230515	233298	236682	219627	2.49

#### 2.4 实际样品测试

实际样品色谱图见图 7，测试结果见表 4。

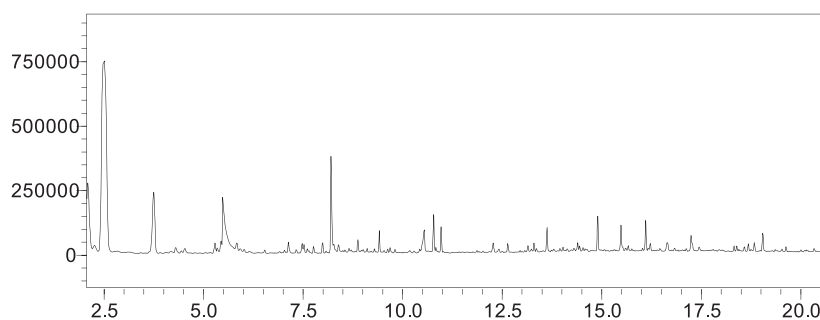


图 7 实际样品的 TIC 色谱图

表 4 实际样品测试结果

No.	化合物名称	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )
1	苯	N.D
2	甲苯	27.800
3	乙苯	2.789
4	对、间二甲苯	1.617
5	邻二甲苯	1.202

## 结论

本文利用 Tenax TA 吸附富集空气中的苯系物，使用热脱附和 GCMS 联用建立了空气中苯系物含量的检测方法。该方法对苯系物测定的相对标准偏差在 2.18%~4.44% 之间，当空气采样体积为 3 L 时，各苯系物的最低检出限在 0.015~0.033  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  之间。该方法操作简单、灵敏度高、重现性好、准确可靠、实用性强等特点，不仅能满足大气环境中苯系物的检测要求，也能满足工作场所空气中有害物质监测中对苯系物检测的要求。