

第十二章：室内空气中22种VOC检测-气相色谱质谱法

1 前言

近日，十部委印发的《“十四五”推动高质量发展的国家标准体系建设规划》指出，要加快构建推动高质量发展的国家标准体系，助力高技术创新、促进高水平开放、引领高质量发展。同时，企业实施应用标准的能力提升，有利于推进标准创新型企业的发展。国家在不断地推进标准化战略进程，标准的重要性与日俱增。在这样的环境下，优化现有标准、瞄准国际先进标准提高国家标准水平都是工作开展的重要环节，据悉，修订版国家标准 GB/T 18883《室内空气质量标准》已进入报批阶段。

舜宇恒平仪器积极积极响应标准新要求，根据 GB/T 18883-2020《室内空气质量标准》（征集意见版），我们公司应用实验室优化和制定本方案，仅供大家参考、讨论，共同学习。

2 仪器和设备

2.1 气相色谱质谱联用仪(GC1290/MS8100，舜宇恒平仪器)，具有毛细管分流/不分流进样口（全EPC），具有恒流和恒压功能，柱温箱20阶程序升温，EI源。

2.2 色谱柱：DB-624（30m*0.25mm*1.4 μm）

2.3 二次热解析仪

2.4 电子分析天平（AE224，舜宇恒平仪器）

2.5 氦气（纯度99.999%）

2.6 22种VOC混合标准样品

3 实验条件

3.1 热解析条件

吹扫气体：氮气；冷阱温度：初始温度-30℃，解吸温度300℃；吹扫流速：30 mL/min；捕集流量60ml/min，时间4min；进样时间：5min；反吹流速：100ml/min，时间10min，传输线温度：200℃。

3.2 色谱条件

进样口温度：250℃；载气：氦气；分流比：5：1；流速：0.8ml/min；升温程序：初始温度45℃，保持3min，以5℃/min升温至90℃，再以20℃/min升温至260℃，保持2min。

3.3 MS条件

电子轰击离子源；电子能量：70 eV；离子源温度：200℃；传输线温度：200℃；全扫描模式，扫描范围：41-300amu。

4 实验步骤

22种VOC混合标样，用甲醇稀释，配制一系列浓度分别为25mg/L、50mg/L、100mg/L、200mg/L、350 mg/L、500mg/L的标准品溶液，吸取1.0 μl，注入采样管，通过热解析仪标定功能，制备为含量分别为25ng、50 ng、100ng、200ng、350ng、500ng的采样管，色谱图谱详见附件1。

4.1 精密度实验

25ng采样管，连续5次进样，结果如表1，22种化合物的5次进样相对标准偏差均在10%以内。

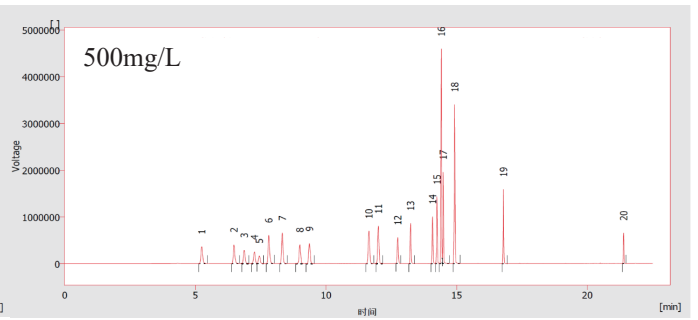
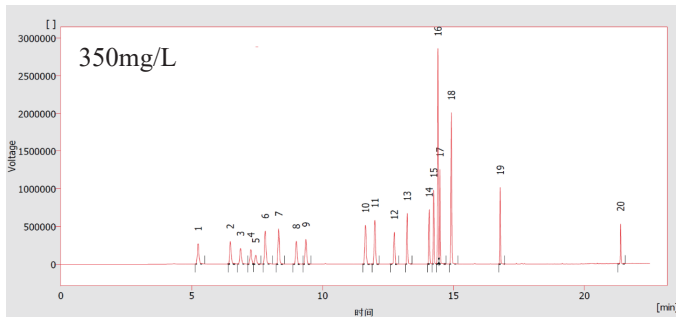
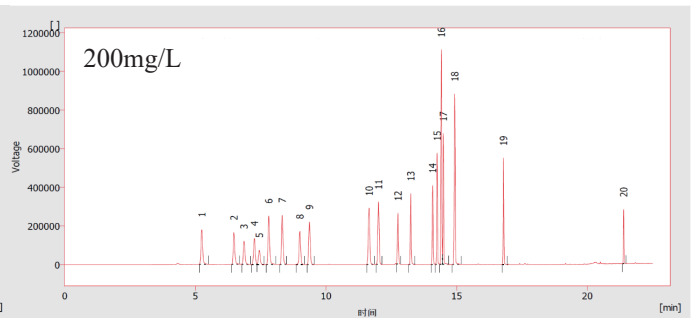
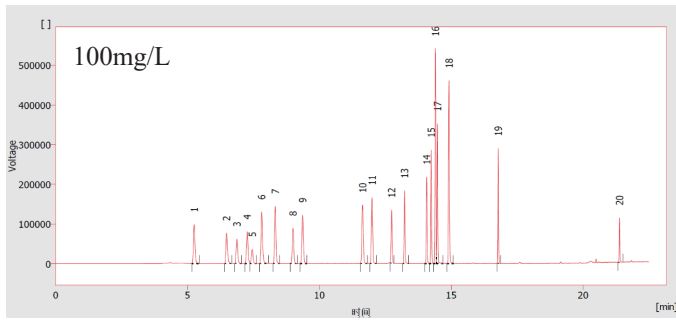
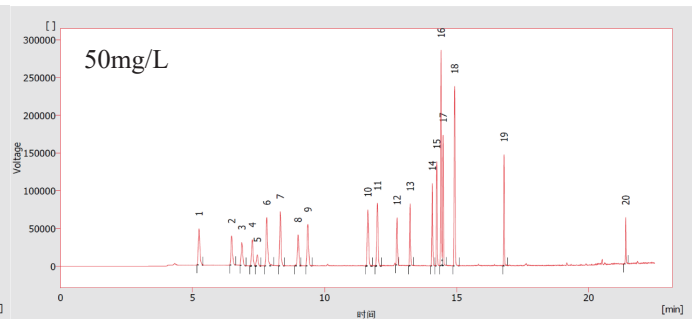
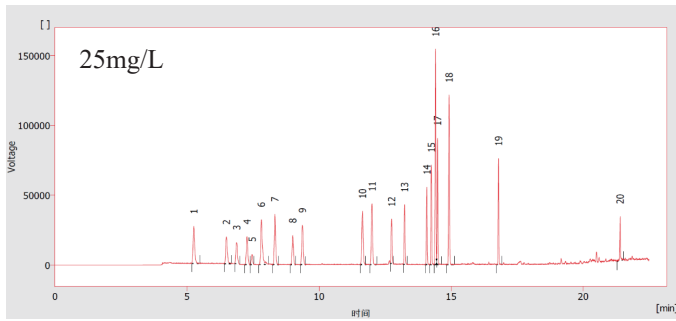
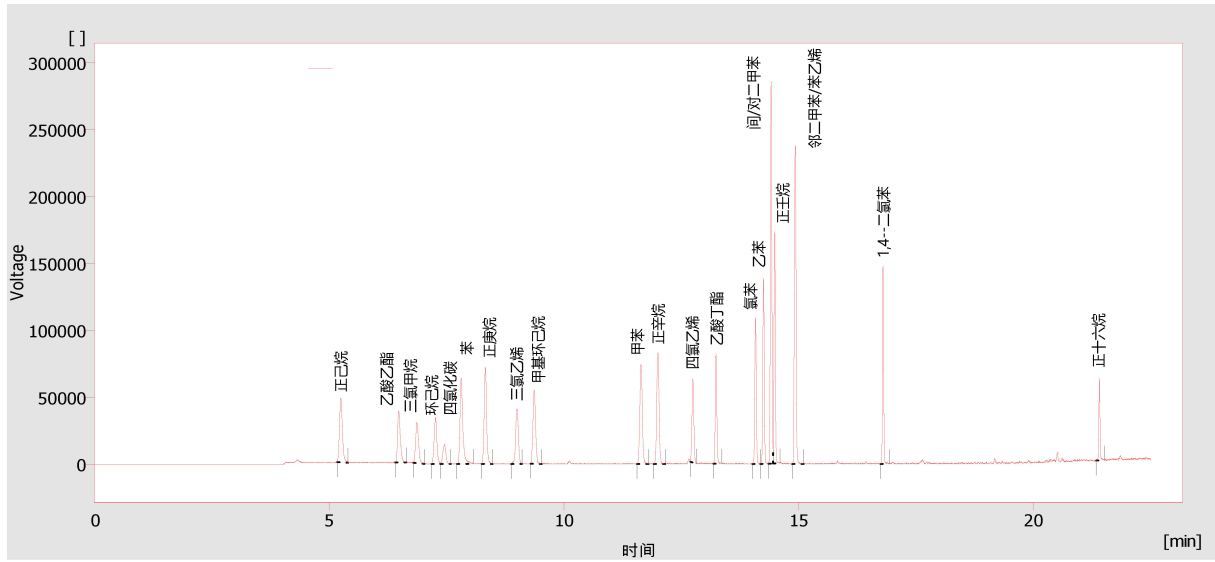
图 1 22 种 VOC 混合标准样品精密度测试数据

No.	组分	保留时间 avg	峰面积 avg	保留时间 RSD	峰面积 RSD	定量离子
1	正己烷	5.2446	25439.76	0.11%	5.30%	57
2	乙酸乙酯	6.476	61075.58	0.07%	4.86%	43
3	三氯甲烷	6.8632	27271.09	0.06%	4.33%	83
4	环己烷	7.2626	14094.75	0.04%	5.93%	84
5	四氯化碳	7.4522	9847.442	0.08%	4.42%	117
6	苯	7.8076	76963.63	0.02%	2.35%	78
7	正庚烷	8.3254	41604.51	0.07%	3.91%	43
8	三氯乙烯	8.9954	15780.86	0.04%	4.74%	95
9	甲基环己烷	9.3614	24947.87	0.05%	3.43%	83
10	甲苯	11.6368	68584.88	0.02%	1.91%	91
11	正辛烷	11.9958	16933.79	0.03%	4.15%	57
12	四氯乙烯	12.742	16883.86	0.02%	3.40%	166
13	乙酸丁酯	13.2334	18849.61	0.03%	8.84%	56
14	氯苯	14.074	42656.99	0.02%	5.25%	112
15	乙苯	14.2424	73027.92	0.01%	5.58%	91
16	间/对二甲苯	14.4046	125842.7	0.02%	4.37%	91
17	正壬烷	14.4812	54441.69	0.01%	6.31%	43
18	邻二甲苯	14.906	61032.37	0.02%	4.48%	91
19	苯乙烯	14.926	48318.28	0.02%	4.97%	104
20	1,4--二氯苯	16.7866	36353.53	0.02%	5.10%	146
21	正十六烷	21.3906	13038.05	0.01%	6.62%	57

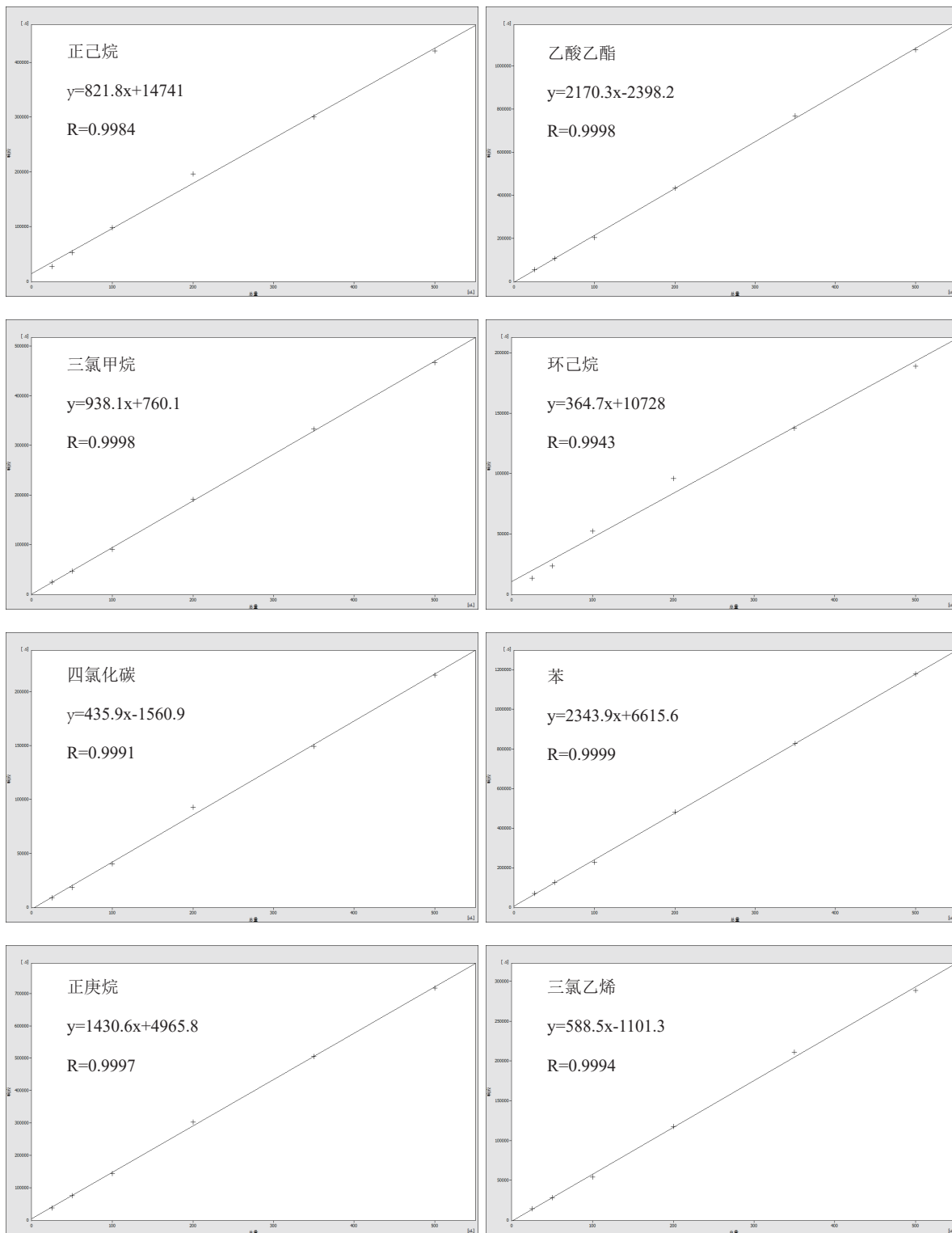
4.2 标准曲线

5ng、50 ng、100ng、200ng、350ng、500ng的采样管，分别进样，结果表2，22种化合物的校准曲线满足GB/T 18883-2020 《室内空气质量标准》F.8.2要求，线性相关系数均大于0.99，标准曲线图谱和数据详见附件2。

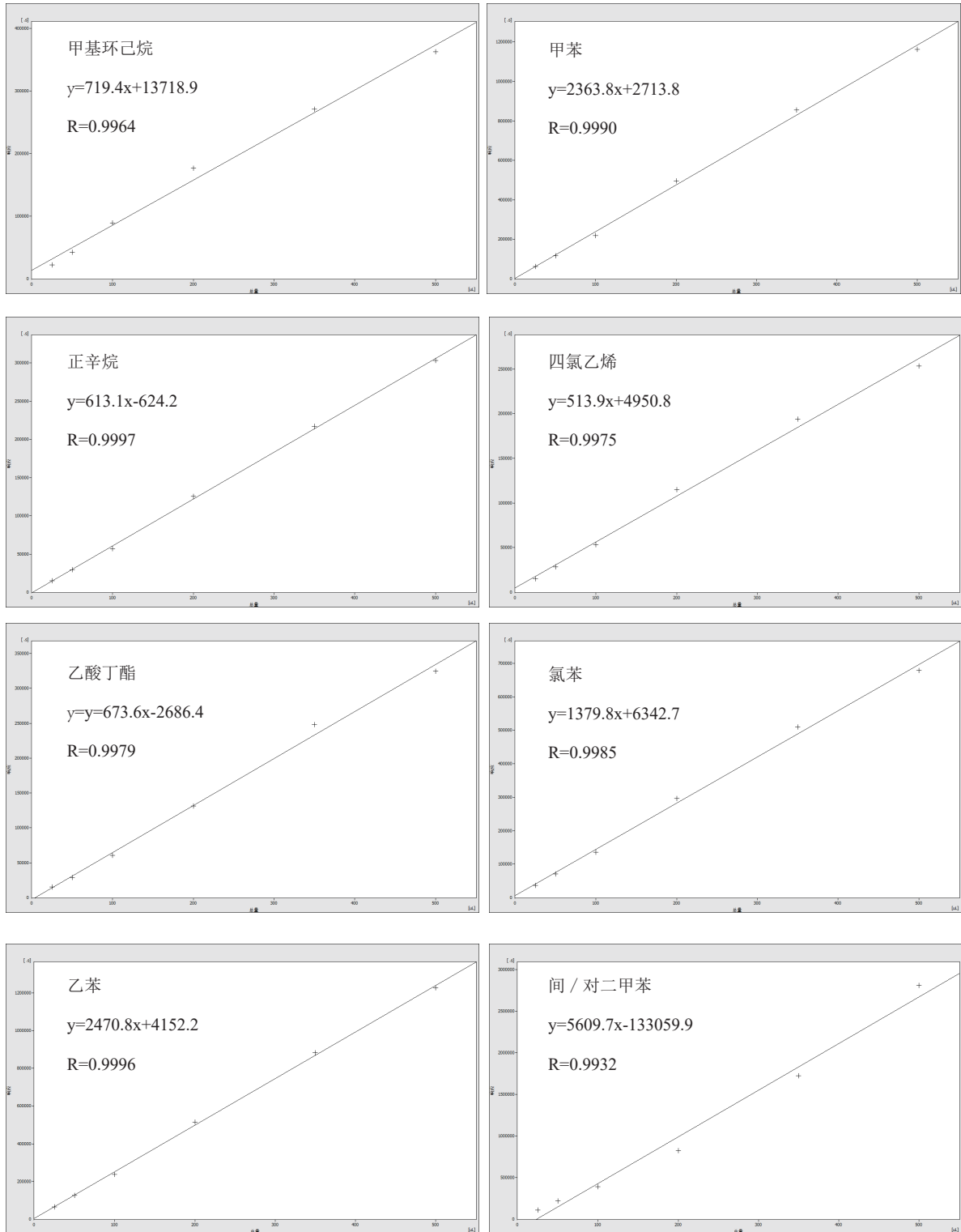
附件 1 22 种 VOC 混合标准样品图谱



附件 2 22 种 VOC 混标样品标准曲线图



附件 2 22 种 VOC 混标样品标准曲线图



附件 2 22 种 VOC 混标样品标准曲线图

