

# 顶空-气相色谱/质谱法测定挥发性有机物的实验优化

王晓颖

(辽宁万益职业卫生技术咨询有限公司, 辽宁 沈阳 110000)

**摘要** 文章结合顶空-气相色谱/质谱联用法测定挥发性有机物的研究, 先对顶空-气相色谱/质谱联用法进行应用, 确保工作中顶空-气相色谱/质谱联用法的合理配合, 进而满足挥发性有机物的控制效果, 降低干扰因素给挥发性有机物测量带来的影响, 确保挥发性有机物能够得到合理的控制, 进而满足实际工作的需求。

**关键词** 顶空-气相色谱; 质谱联用法; 工作现场; 化学品; 挥发性

中图分类号: TQ2

文献标识码: A

文章编号: 1007-0745(2023)03-0056-03

化学品是众多工作中的基本原料, 但是化学品中挥发性有机物的存在严重干扰工作场所环境, 不利于工作效果的合理提升。利用顶空-气相色谱/质谱联用法进行分析, 能够降低干扰因素给化学品带来的干扰, 降低其给工作带来的不良影响。挥发性有机物中包括苯系物、有机氯化物、有机酮等物质。挥发性有机物的存在会严重影响人体的健康, 可导致头痛、恶心和呕吐和乏力等问题, 还可导致内脏损伤、过敏问题, 甚至还能导致严重的损害问题。<sup>[1-2]</sup> 基于此, 文章结合顶空-气相色谱/质谱联用法的基本情况, 对其在测定挥发性有机物的内容进行研究, 顶空-气相色谱/质谱联用法的功能和作用合理发挥, 可进一步提升挥发性有机物的控制, 进而满足实际工作的需求。

## 1 顶空-气相色谱/质谱联用法的相关研究

在实际的测定工作中, 可以对顶空-气相色谱/质谱联用法进行应用, 该方法的合理运用能够满足实际工作的基本需求, 进一步提升检测效果, 促使工作质量得到保证。

顶空-气相色谱/质谱联用法的合理运用, 可以用于对环境监测、疾控、化工制造、教学科研等内容进行分析。通过顶空-气相色谱/质谱联用法的应用, 能够满足检测的需求, 并获取精准的数据信息, 为检测提供服务。在具体工作中, 顶空-气相色谱/质谱联用法的特点主要体现在如下的相关内容中。

### 1.1 泛用性好

在工作中, 该方法可以用于诸多情况, 能够有效提高检测的泛用性, 进而满足工作需求, 全面提升

顶空-气相色谱/质谱联用法的应用效果, 从而能够降低干扰因素给检测带来的影响, 进一步的提高工作效果。

### 1.2 快速简便

为了满足工作需求, 使用该种方法能够满足快速检测的需求, 而且在挥发性有机物的检测中, 能够实现对气相色谱仪的控制, 保证工作效果的合理提升。工作人员可以完成对挥发性气体的定性定量分析。而且, 在处理分析中, 还可以对样品处理前的相关工作进行简化, 进而能够有效提高实际检测的便利性和间接性。

### 1.3 低检测限

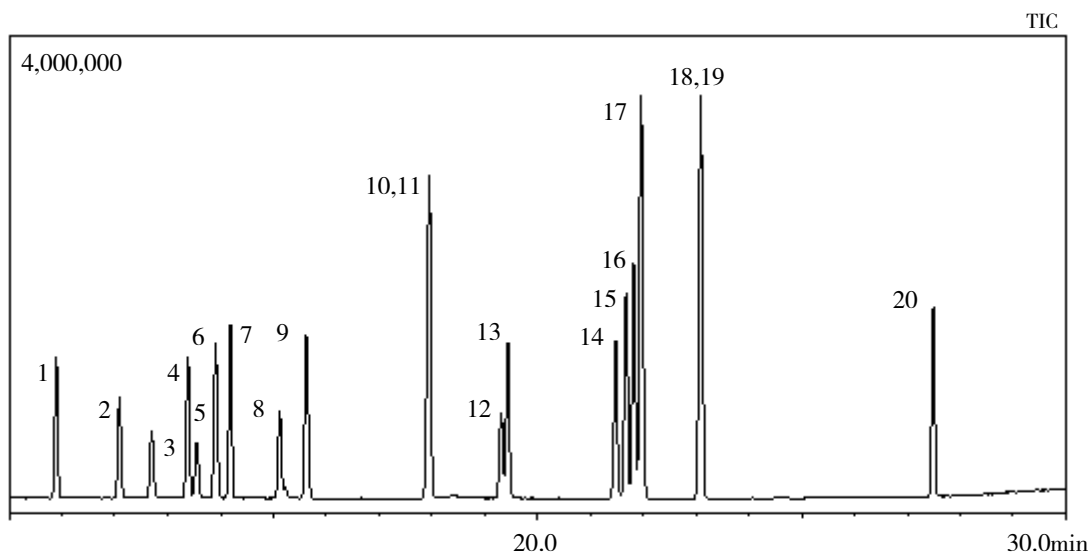
在工作中顶空-气相色谱/质谱联用法本身具有较低的检测限, 而且避开了常规样品处理过程, 能够避免溶剂带来的影响。同时, 对于因为某些特殊性的原因, 容易被分解或无法直接进样分析的液体或固体样品而言, 更具有利用价值。

## 2 顶空-气相色谱/质谱联用法测定工作场所化学品中挥发性有机物的实验方法

结合顶空-气相色谱/质谱联用法的基本情况, 对实际工作中的顶空-气相色谱/质谱联用法的应用进行研究, 能够做好工作现场中挥发性有机物的合理控制, 对检测方法的合理运用, 能够为人们提供优质服务。<sup>[3]</sup>

### 2.1 材料与方法

在实际的工作中, 为了满足顶空-气相色谱/质谱联用法的合理利用, 需要对材料与方法进行研究, 提升工作效果, 进一步提升顶空-气相色谱/质谱联用法的服务能力。<sup>[4]</sup>



1- 正己烷; 2- 乙酸乙酯; 3- 三氯甲烷; 4- 环己烷; 5- 四氯化碳; 6- 苯; 7- 正庚烷; 8- 三氯乙烯; 9- 甲基环己烷; 10- 甲苯; 11- 正辛烷; 12- 四氯乙烯; 13- 乙酸丁酯; 14- 氯苯; 15- 乙苯; 16- 正壬烷; 17- 对间二甲苯; 18- 邻二甲苯; 19- 苯乙烯; 20-1,4 二氯苯。

图 1 挥发性有机物的标准色谱图

### 2.1.1 仪器和试剂

为了满足顶空-气相色谱/质谱联用法的工作需求,包括:GQMS-QP2010SE 气相色谱质谱联用仪配 HS-10 型顶空进样器,SHIMADZU;顶空瓶选择 20mL 的规格,可满足实际工作的需求;还要对相应溶剂进行应用,主要的溶剂包括二硫化碳、甲醇、异丙醇等,进而满足实际工作的需求,提升顶空-气相色谱/质谱联用法的应用效果,促使其满足实际工作的需求,全面提升检测的工作效果。

另外,还要对储备液进行制备,主要的储备液以二硫化碳为溶剂,定容至 100mL,浓度为 100 $\mu$ g/mL,即为标准储备液。

### 2.1.2 仪器条件

在具体的工作中,还要对仪器条件进行研究,做好仪器条件的探索,进而满足工作的需求,全面提升仪器条件的功能和服务能力。顶空分析条件具体包括 20mL 的顶空瓶,样品瓶中的平衡温度为 80 $^{\circ}$ C,管路温度控制为 90 $^{\circ}$ C,传输线温度控制为 100 $^{\circ}$ C,保证平衡时间为 0.5h,进而满足仪器的工作需求。

气相色谱的分析条件也要得到合理的控制,使用 TG-624SILMS VOCs 的专用色谱柱,进样口的温度为 260 $^{\circ}$ C,载气为 He,分流比为 10:1,恒流模式,流量为 0.8mL/min。升温程序为:初温 50 $^{\circ}$ C,5 $^{\circ}$ C/min 升温至 170 $^{\circ}$ C,再以 15 $^{\circ}$ C/min 升温至 250 $^{\circ}$ C,进而满足实际工作的需求。

而在质谱检测器的工作中,也要对相关内容进行控制,传输线温度为 240 $^{\circ}$ C,离子源温度为 230 $^{\circ}$ C,扫描范围为 20~300amu,谱库检索工作中,要对 NIST 质谱数据库进行应用,实现相关检索工作,从而满足实际工作的需求。

### 2.1.3 样品采样

在工作中,为了满足检验的需求,需要对样品进行采集,需要对工作场所挥发性有机物样品进行采集,将其置入 20mL 顶空瓶当中,且在密封后,对顶空-气相色谱/质谱联用法进行应用,使用目标化合物的峰面积计算样品的含量,从而满足样品采集的基本需求。

## 3 结果与讨论

结合顶空-气相色谱/质谱联用法的基本情况,在经过应用后,对顶空-气相色谱/质谱联用法的结果进行研究,发挥顶空-气相色谱/质谱联用法的功能和服务作用。详细的结果内容分析如下。

### 3.1 顶空条件的选择

为了满足工作需求,要对顶空条件进行选择,经过筛选后,顶空条件能够满足实际工作需求。具体工作中,要参考相关标准,同时保证满足检测要求,可以将平衡温度设置为 80 $^{\circ}$ C,管路温度设置为 90 $^{\circ}$ C,传输线温度设置为 100 $^{\circ}$ C,进而满足顶空-气相色谱/质谱联用法的应用需求。

### 3.2 色谱条件的优化

为了满足工作需求,要对色谱条件进行研究。需

表1 方法的精密度、回收率

组分名称	精密度	回收率	组分名称	精密度	回收率
正己烷	1.2%~2.1%	97.0%~106.8%	正辛烷	1.5%~1.9%	97.0%~102.8%
环己烷	1.6%~1.9%	97.2%~105.8%	氯苯	1.1%~1.7%	97.0%~101.3%
正庚烷	1.8%~2.2%	96.4%~103.4%	对间二甲苯	1.3%~1.4%	98.5%~102.8%
甲苯	1.4%~1.8%	96.9%~102.5%	1,4-二氯苯	1.2%~1.4%	97.2%~101.4%
乙酸丁酯	0.8%~1.3%	99.4%~102.6%	三氯甲烷	1.0%~1.1%	98.3%~102.1%
正壬烷	1.3%~1.7%	97.7%~101.9%	苯	1.2%~1.8%	97.0%~102.3%
苯乙烯	1.3%~1.5%	97.3%~102.2%	甲基环己烷	1.6%~1.8%	96.9%~102.8%
乙酸乙酯	1.2%~1.5%	98.6%~103.7%	四氯乙烯	1.9%~2.0%	96.9%~102.2%
四氯化碳	1.2%~1.3%	97.7%~102.0%	乙苯	1.3%~1.5%	97.6%~102.9%
三氯乙烯	1.7%~1.8%	95.7%~101.6%	邻二甲苯	1.3%~1.5%	97.7%~102.0%

要参考相应标准和规范,同时还要对流量模式进行控制,按照 1.0mL/min,选择 5mL 标准溶液,并将其加入顶空瓶当中,按照相应的内容,促使顶空-气相色谱/质谱联用法的功能和服务作用的保证。另外,工作中流量需要得到合理设置,为 0.5mL/min,进而保证色谱条件能够满足工作要求。工作前,还要对混合标样的总离子流图进行研究,继而保证色谱条件的功能和服务能力得到保证,进而进一步提升色谱条件的优化效果,图 1 为挥发性有机物的标准色谱图。

### 3.3 质谱条件的优化

为了满足质谱条件的基本工作要求,需要对质谱条件进行优化,可以参考相关标准和规范,促使质谱条件得到优化。工作期间,按照全模式扫描的方式,从而实现顶空-气相色谱/质谱联用法,可以得到各种化合物的离子扫描质谱图,并且能够得到各个化合物的基本情况,本方法的质量范围可以选在 20~300amu。<sup>[5]</sup>

### 3.4 工作曲线及相关系数

工作期间,为了满足工作要求,需要选择 4~7 个容量瓶,将其转移到顶空瓶当中,然后,根据浓度和峰面积绘制标准工作曲线。另外,通过对工作曲线和相关系数的控制,可以使得工作顺利进行。

### 3.5 精密度与回收率

为了满足工作要求,要对精密度、回收率等内容进行研究,精密度可以控制在 3.0% 以内,回收率可以控制在 95.7%~106.8%,使得精密度和回收率能够满足实际工作要求。

除此之外,还有检出限和样品测定分析,注意对样品进行控制,从而使得精密度和回收率得到控制,

全面提升顶空-气相色谱/质谱联用法的工作效果,促使实际工作期间,进一步提升检测效果。<sup>[6]</sup>

## 4 结语

文章对顶空-气相色谱/质谱联用法的相关内容进行分析,先对顶空-气相色谱/质谱联用法的基本内容进行研究,然后对顶空-气相色谱/质谱联用法的具体实验流程进行分析,再对顶空-气相色谱/质谱联用法的应用效果进行提升,进而进一步提升挥发性有机物测定的效果。

## 参考文献:

- [1] 刘家阳,田甜,李彦博,等.分散固相萃取法与固相萃取法在气相色谱质谱联用法测定多组分农残中的比较[J].科技与创新,2022(22):29-32,35.
- [2] 张杰,张玉芬,钱建瑞,等.植物提取物中 6 种苯系物的静态顶空-气相色谱质谱联用法测定[J].中国食品添加剂,2022,33(09):204-211.
- [3] 李俊玲,袁竹青,李佳珂,等.气相色谱质谱联用法测定蜂蜡中 6 种农药及其代谢物残留[J].农药,2022,61(10):747-750.
- [4] 李元星,孙海侠,欧阳莎,等.顶空-气相色谱/质谱联用法测定工作场所化学品中挥发性有机物[J].化工设计通讯,2022,48(03):177-179.
- [5] 许永,孔维松,宋春满,等.气相色谱-质谱联用法测定新鲜烟叶中的 7 种甾醇[J].中国食品添加剂,2021,32(05):107-112.
- [6] 张嵘,丁宗博,初晓娜,等.气相色谱-质谱联用法测定韭菜中腐霉利含量的不确定度评定[J].食品安全导刊,2021(12):75-76.