

# 热脱附-气质联用法 (TD-GC-MS) 测定汽车内饰材料中 VOCs

赛默飞世尔科技 (中国) 有限公司

## 测试条件

### 仪器

Trace 1310 GC -ISQ MS 气质联用仪; TD-100 热脱附仪 (Markers)。Tenax-TA 吸附管, 玻璃吸附管 (Markers)。

### 热脱附条件

表 1 热脱附参数设置

脱附参数	脱附温度	90°C (VOCs) 300°C (校准标样和控制标样)
	脱附时间	30min (VOCs) 10min (校准标样和控制标样)
	脱附流量	50mL/min
	分流流量	不分流
	传输线温度	200°C
	pre-purge	3min 分流 (20mL/min)
冷阱聚焦参数	初始温度	-30°C
	脱附温度	300°C
	升温速率	最大
	保持时间	3min (VOCs) 10min (校准标样和控制标样)
	冷阱解吸流量	分流流量 20ml/min

### 气相色谱-质谱条件

色谱柱 Thermo TG-5, 60.0m×0.25mm×0.25μm ; 载气为高纯氮气 (纯度 99.999%) ; 恒压模式, 压力为 29psi。程序升温条件为: 40°C (保持 2 min); 20°C/min 到 80°C (保持 2 min), 以 10°C/min 升至 160°C (保持 5 min), 最后以 20°C/min 升至 320°C (保持 15min); 质谱接口温度为 280 °C; EI 电离, 电子能量为 70eV ; 离子源温度 280 °C; 采用全扫描检测方式, 质谱扫描范围为 35.00-350aum。GC-MS 的进样口被改装与 Markers 热解析仪联机, 采用玻璃两通连接。

### 样品处理

直接取适量样品至玻璃吸附管中。具体取样要求如下：**ABS 粒子及浅咖啡色塑料粒子：**取整粒放入，约 30mg，**PVC（带背泡）：**宽 3mm\*长 4cm(1 根) 约 10mg 左右，**真皮：**宽 3mm\*长 4cm(1 根) 约 10mg 左右。其他样品测试取样量一般为 30±5mg。

## 苯系物测试

用标准样品配制成浓度分别为 10、50、100、200、500、1000ng 系列标准工作液，然后按照以上所述的测定方法进行 TD-GC-MS 测定，以标准物质的浓度为横坐标，以各标准物质的特征离子峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，得到各种苯系物的保留时间、定量离子、线性（平均响应因子）回归方程，线性相关系数（见表 2）。总离子流图如图 1 所示。

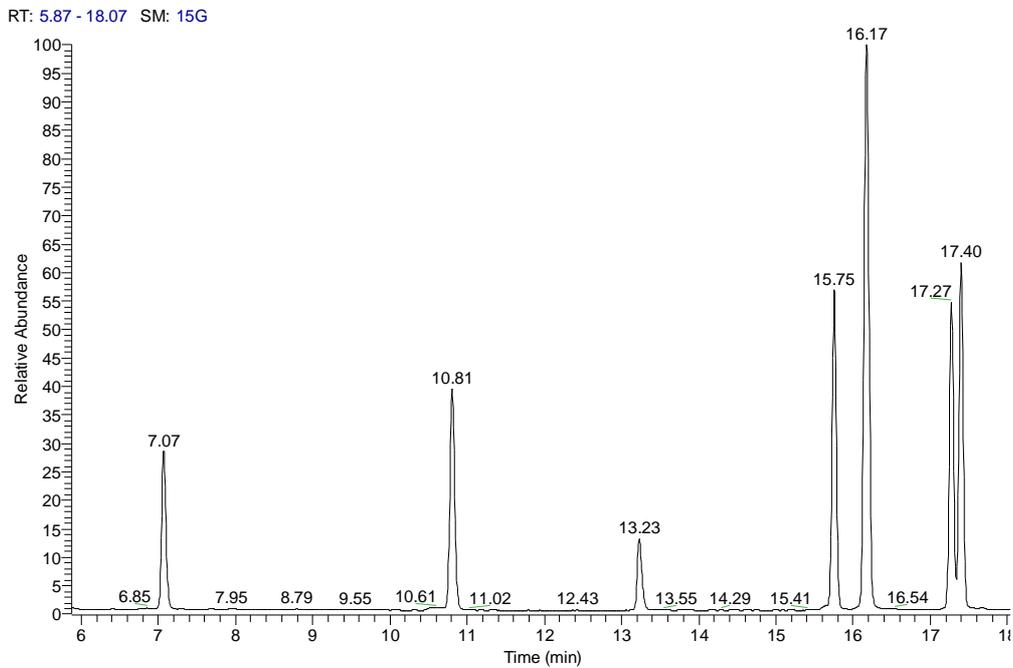


图 1. 挥发性有机物标样的 TIC

表 2. 挥发性有机物的保留时间、定量和定性特征离子

化合物	英文名称	保留时间	定量离子	线性	R <sup>2</sup>
		min	m/z		
苯	Benzene	7.07	78	$Y = -953836 + 4.34818e+008 \times X$	0.9991
甲苯	Toluene	10.81	91	$Y = 4.3092e+006 + 6.46811e+008 \times X$	0.9999

乙苯	Ethylbenzene	15.75	91	$Y=-4.30975e+006+7.32983e+008 \times X$	0.9990
对、间二甲苯	p/m- Xylene	16.17	91	$Y=-6.41568e+006+1.33211e+009 \times X$	0.9998
苯乙烯	Styrene	17.27	91	$Y=-3.65156e+006+4.25923e+008 \times X$	0.9993
邻二甲苯	o - Xylene	17.40	91	$Y=-3.42212e+006+6.53052e+008 \times X$	0.9994

### TVOC 测试

TVOC 值由样品中 C6- C16 的色谱峰积分总面积与 100ng 甲苯色谱峰积分面积的比较计算得出。实验中采用正己烷，正十六烷两标准品确定 C6 和 C16 的出峰位置（见图 2），样品测试过程中对正己烷和正十六烷两峰之间的所有色谱峰进行积分，得出总峰面积。根据如下公式进行计算，得出 TVOC 值。

$$C_s = \frac{100 \times A}{A_T \times m_s}$$

A: 样品 C6-C16 色谱峰积分总面积

A<sub>T</sub>: 甲苯 100 ng 色谱峰积分面积

m<sub>s</sub>: 样品量 (mg)

C<sub>s</sub>: 样品中 TVOC 浓度 (ng/mg)

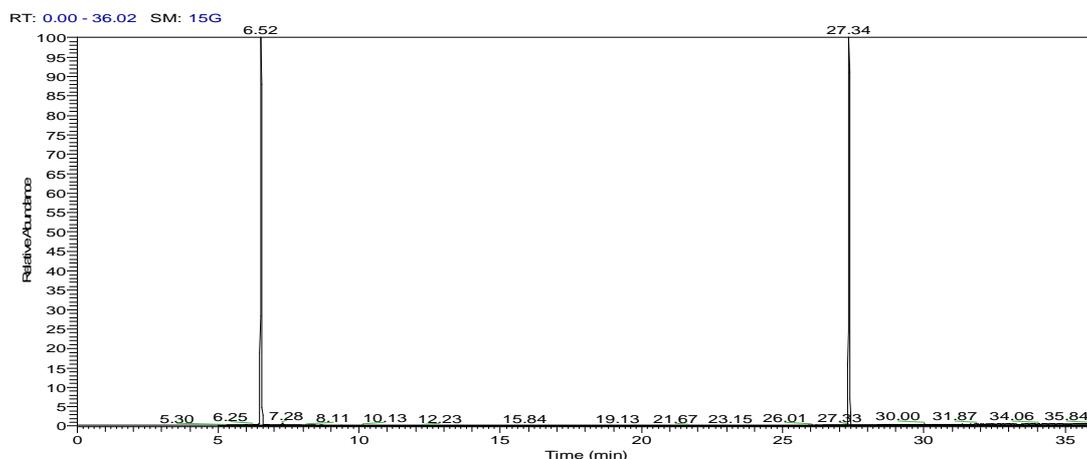


图 2 C6 和 C16 保留时间确定总离子流图 (C6: 6.52min; C16: 27.34min)

## 样品测定

于超市中购买汽车内饰小部件，拆解后按上述方法测试样品中的苯系物及 TVOC 值。  
其中皮革样品和海绵样品总离子流图见图 3，图 4。

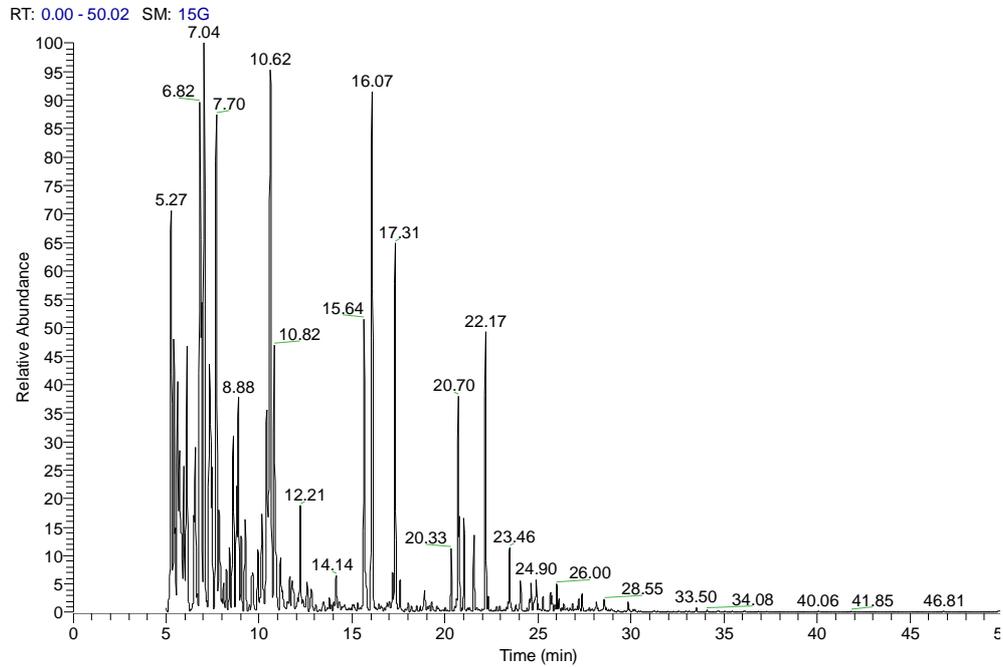


图 3 皮革样品总离子流图

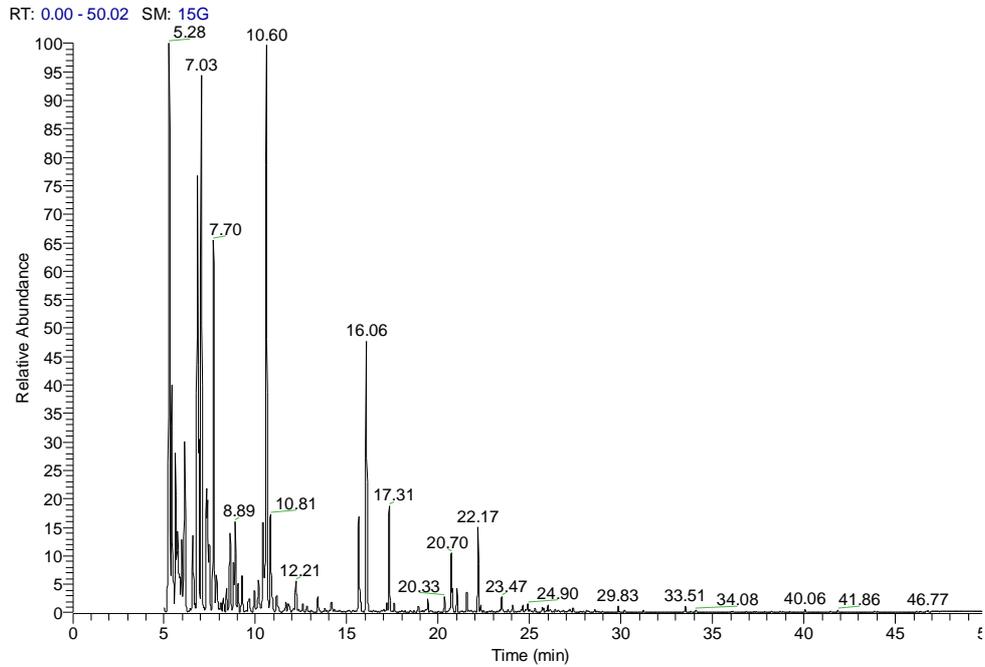


图 4 海绵样品总离子流图

## 结论

本应用提供了一个使用 Markers TD 和 TRACE 1310 GC- ISQ MS 分析汽车内饰材料中 VOCs 的解决方案，能够为汽车内饰材料检测提供苯系物数据及 TVOC 数据。该方法操作简单，仪器灵敏度高，线性范围良好。