

热脱附 - 气质联用法 (TD-GC-MS) 测定汽车内饰材料中 VOCs

车金水 邓桂凤 梁立娜
赛默飞世尔科技(中国)有限公司

引言

随着 2012 年 3 月 1 日我国首次发布《乘用车内空气质量评价指南》，汽车总体车内空气质量问题已经引起政府有关部门、质检机构和汽车及装饰材料生产厂家的高度重视。其中汽车内饰材料为汽车车内空气污染源，如地毯，踏板、座椅套、车门衬板等。对内饰材料进行有机物释放检测，有利于从源头上保证汽车内空气质量。目前各个材料厂商及原料供应商均需要对产品进行有机物释放检测。

本实验参照 VDA278, GMW15634 标准，采用 TD-GC-MS 法测定汽车内饰材料中的 VOCs 类化合物。

测试条件

仪器

Trace 1310 GC-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, 60.0 m × 0.25 mm × 0.25 μm

载气：高纯氦气 (纯度 99.999%)

压力：恒压模式，29psi

程序升温条件：40°C (保持 2 min)；20°C/min 到 80°C (保持 2min)，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：280°C

电离方式：EI 电离，电子能量为 70eV

离子源温度：280°C

检测方式：全扫描检测方式

质谱扫描范围：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。

结果与讨论

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。

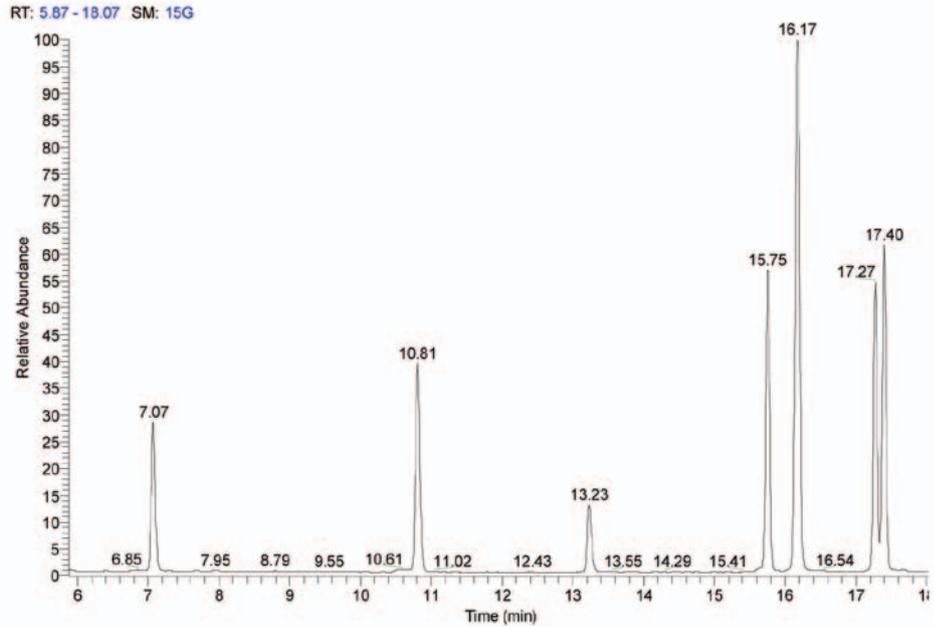


图 1. 土臭素和 2- 甲基异茨醇水溶液经吹扫捕集处理得到的色谱图

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 min	定量离子 m/z	线性	R ²
苯	Benzene	7.07	78	Y=-953836+4.34818e+008 × X	0.9991
甲苯	Toluene	10.81	91	Y=4.3092e+006+6.46811e+008 × X	0.9999
乙苯	Ethylbenzene	15.75	91	Y=-4.30975e+006+7.32983e+008 × X	0.9990
对、间二甲苯	p/m- Xylene	16.17	91	Y=-6.41568e+006+1.33211e+009 × X	0.9998
苯乙烯	Styrene	17.27	91	Y=-3.65156e+006+4.25923e+008 × X	0.9993
邻二甲苯	o- Xylene	17.40	91	Y=-3.42212e+006+6.53052e+008 × 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。

容易实现在线监测。本方法不仅操作简单，而且快速准确，精密度高，满足《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2006) 中对饮用水和水源水的卫生检测要求。

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

A: 样品 C6-C16 色谱峰积分总面积

A_T: 甲苯 100 ng 色谱峰积分面积

m_s: 样品量 (mg)

C_s: 样品中 TVOC 浓度 (ng/mg)

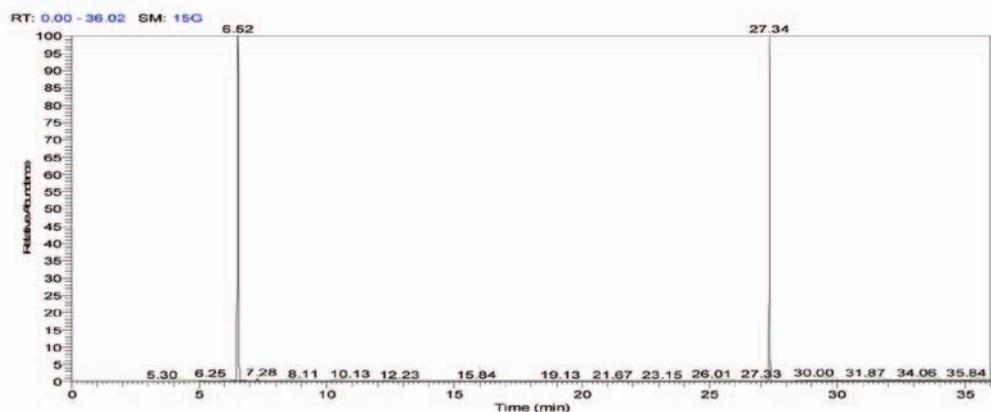


图 2. C6 和 C16 保留时间确定总离子流图 (C6: 6.52min; C16: 27.34min)

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。

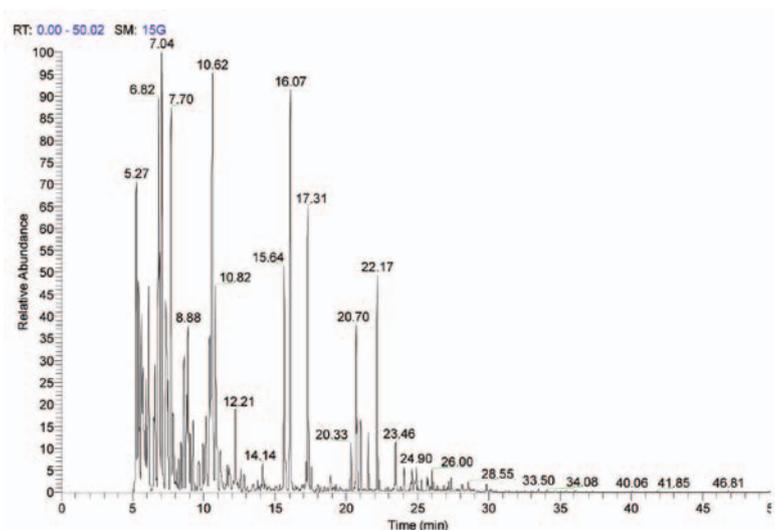


图 3. 皮革样品总离子流图

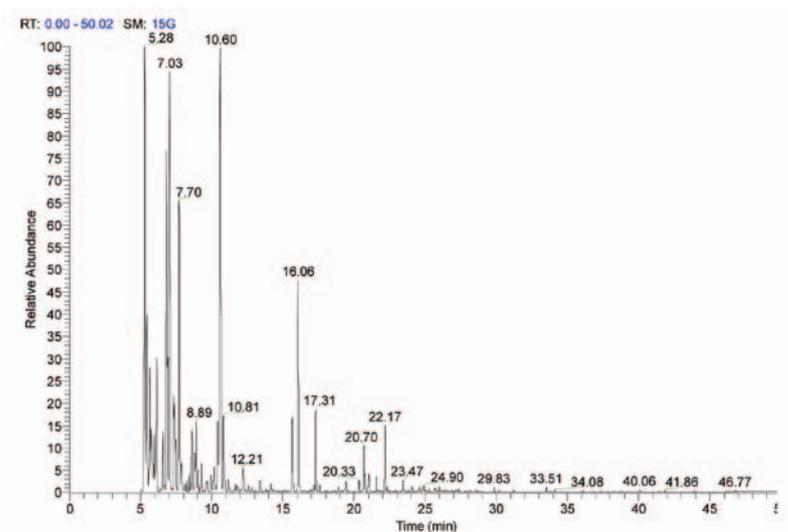


图 4. 海绵样品总离子流图

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。

www.thermoScientific.com

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. ISO is a trademark of the International Standards Organization. All other trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries. This information is presented as an example of the capabilities of Thermo Fisher Scientific Inc. products. It is not intended to encourage use of these products in any manners that might infringe the intellectual property rights of others. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.



Thermo Fisher
Scientific, Austin, TX
USA is ISO 9001:2008 Certified.

上海
上海浦东
新金桥路 27 号 6 号楼

成都
成都市武侯区临江西路 1 号
锦江国际大厦 1406

北京
北京东城区安定门东大街 28 号
雍和大厦西楼 F 楼 7 层

沈阳
沈阳市沈河区惠工街 10 号
卓越大厦 3109 室

广州
广州市东风中路 410-412 号
时代地产中心 3001-04 室

西安
西安市高新区科技路 38 号
林凯国际大厦 1006-08 单元

服务热线
800 810 5118
400 650 5118

AN_C_GCMS-8

ThermoFisher
SCIENTIFIC