

## 解决方案 | 东西分析气相色谱-质谱法测定油漆样品中挥发性有机物

在油漆样品中，挥发性有机化合物（VOCs）是指那些在常温常压下容易挥发的有机化合物，它们在油漆中的含量和种类对环境 and 人体健康都有重要影响。长期暴露在高浓度的挥发性有机物环境中，可能会引起头痛、眼睛刺激、喉咙痛、皮肤过敏等症状，严重时甚至可能导致神经系统损伤和呼吸系统疾病。因此，在生产和使用油漆时，严格控制挥发性有机物的含量是非常必要的。



气相色谱-质谱法（GC-MS）是一种用于测定油漆样品中挥发性有机化合物（VOCs）的有效方法。这种方法结合了气相色谱法的高效分离能力和质谱法的高灵敏度鉴定能力，能够准确地检测和定量油漆样品中的挥发性有机化合物（VOCs）。本文参考 GDOHTQC001-2020 测定的方法，经过检测条件的优化，建立了 GC-MS 3250 型气质联用仪测定油漆样品中挥发性有机物的方法，该方法重复性好，准确度高，可供相关人员参考。



GC-MS 3250 型气质联用仪

### 实验部分

#### 仪器设备与试剂

GC-MS 3250 型气质联用仪、顶空进样器、移液枪、20mL 顶空瓶（带铝盖和 PTFE/硅胶顶空瓶垫）和压盖钳等。

#### 仪器条件

##### 顶空进样器条件

样品温度：50℃加热 30min；

阀箱温度：115℃，管路温度：120℃；

加压时间：0s，取样时间：20s，定量环平衡时间：5s；

进样时间：25s，吹洗时间：2min。

### 气相色谱仪条件

色谱柱：VF-624ms (30m×0.25mm×1.4 μm)毛细管柱；

载气：高纯氦气，柱压：35KPa；

进样方式：分流进样，进样量：1mL，分流比：75:1；

进样口：250℃；

柱箱温度：35℃保持 3min，以 5℃/min 升至 100℃保持 0.5min，再以 20 °C/min 升至 200 °C保持 1min。

### 质谱仪条件

离子源：EI 源；电子能量：70eV；离子源温度：200℃；接口温度：250℃；

扫描方式：全扫描；扫描范围：10u-400u；

采集时间：0min-20min；

扫描周期：0.5s；

电子倍增器高压：500V。

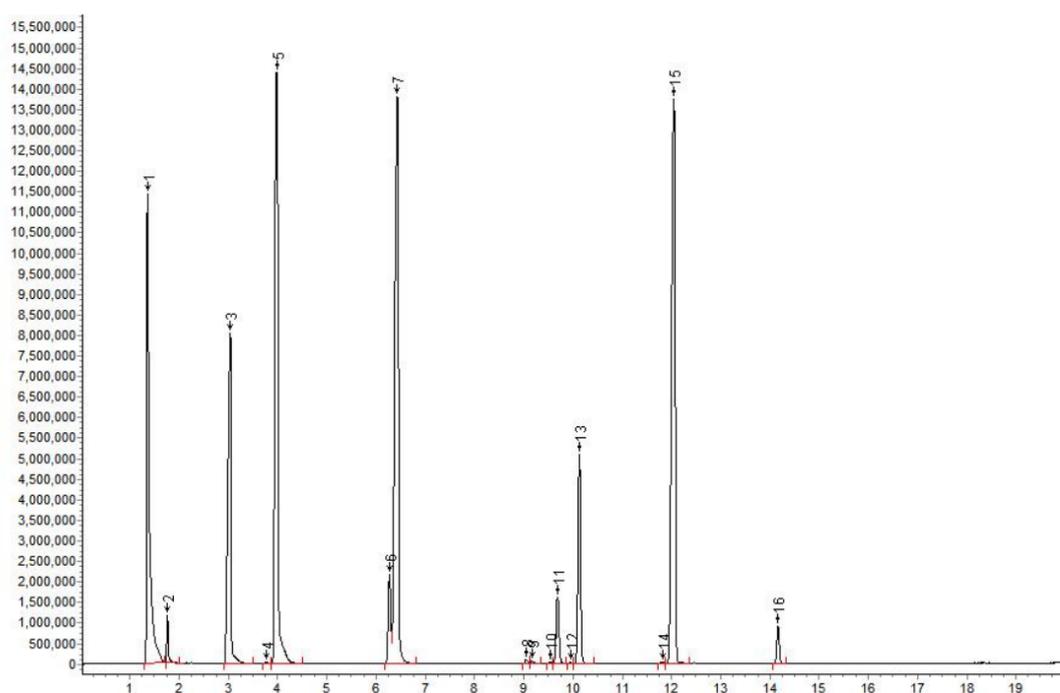
### 样品前处理

取 5mL 油漆样品于 20mL 顶空瓶中，用压盖钳密封后，置于顶空进样器中加热平衡 30min 后进 GC-MS 分析。

### 实验结果

#### 样品谱图

#### 油漆样品全扫描谱图



#### 油漆样品顶空进样 GC-MS 定性结果

序号	英文名称	中文名称	保留时间	CAS	相似度 (%)	分子式	面积	面积 (%)
1	Air	空气	1.35	630-08-0	96	CO	87222200	12.99
2	Water	水	1.75	7732-18-5	98	H <sub>2</sub> O	5536090	0.82
3	Ethanol	乙醇	3.04	64-17-5	95	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	75061234	11.18
4	Isopropyl Alcohol	异丙醇	3.77	67-63-0	92	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	317181	0.05
5	Acetic acid, methyl ester	乙酸甲酯	3.98	79-20-9	90	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	135434363	20.17
6	2-Butanone	2-丁酮	6.27	78-93-3	92	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	16777724	2.5
7	Ethyl Acetate	乙酸乙酯	6.43	141-78-6	91	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	147596989	21.98
8	2-Propanol, 1-methoxy-	丙二醇单甲醚	9.05	107-98-2	89	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	770722	0.11
9	1-Butanol	正丁醇	9.16	71-36-3	87	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	636315	0.09
10	Cyclohexane, methyl-	甲基环己烷	9.55	108-87-2	92	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>	369632	0.06
11	Propane, 1,2-dichloro-	1,2-二氯丙烷	9.68	78-87-5	96	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	12525162	1.87
12	Cyclopentane, ethyl-	乙基环戊烷	9.95	1640-89-7	87	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>	204145	0.03
13	n-Propyl acetate	乙酸丙酯	10.13	109-60-4	93	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	38305575	5.71

油漆样品 GC-MS 面积重复性测定结果

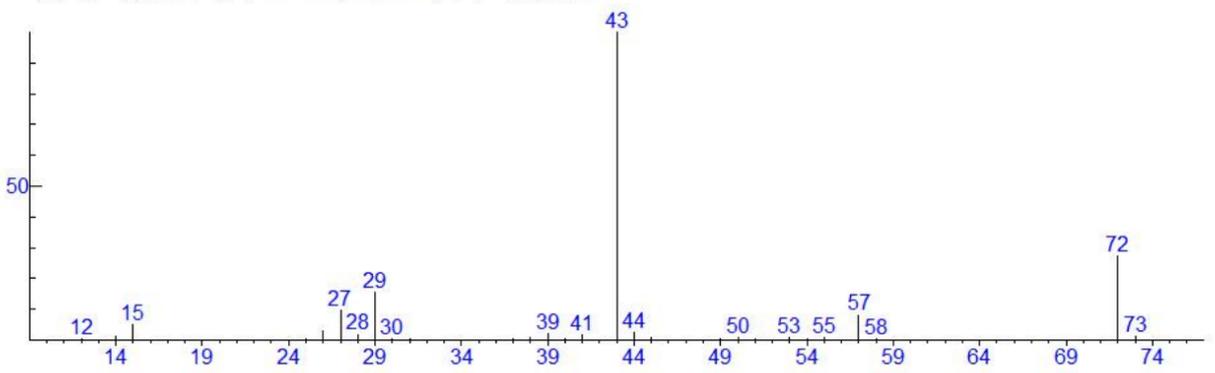
组分名称	面积-1	面积-2	面积-3	面积-4	面积-5	平均值	标准偏差	相对标准偏差
空气	81326883	84725173	83759354	82533204	87222200	83913362.53	2248659.4	2.68%
水	4746059	4960044	5292757	6034668	5536090	5313923.45	504226.98	9.49%
乙醇	77236416	69940129	75095497	80942359	75061234	75655127	3993194.02	5.28%
异丙醇	261968	264176	306621	321235	317181	294236.32	28955.07	9.84%
乙酸甲酯	139008532	133246217	136145049	134535309	135434363	135673894.1	2155757.68	1.59%
2-丁酮	16409305	16117524	17169476	18283600	16777724	16951525.73	842865.89	4.97%
乙酸乙酯	154674540	145349722	149018229	154664909	147596989	150260877.7	4231897.69	2.82%
丙二醇单甲醚	739226	661792	788202	893493	770615	770665.69	84017.54	10.90%
正丁醇	581566	513733	620610	676388	636251	605709.36	61629.79	10.17%
甲基环己烷	281521	349427	354778	340249	367495	338694.2	33446.09	9.88%
1,2-二氯丙烷	12625328	11700250	12566044	13556137	12508259	12591203.63	658325.75	5.23%
乙基环戊烷	165132	216019	198799	194331	220298	198915.7	21863.96	10.99%
乙酸丙酯	39691110	35661874	38594871	43011824	38337702	39059476.1	2659911.99	6.81%

油漆样品面积百分含量重复性结果

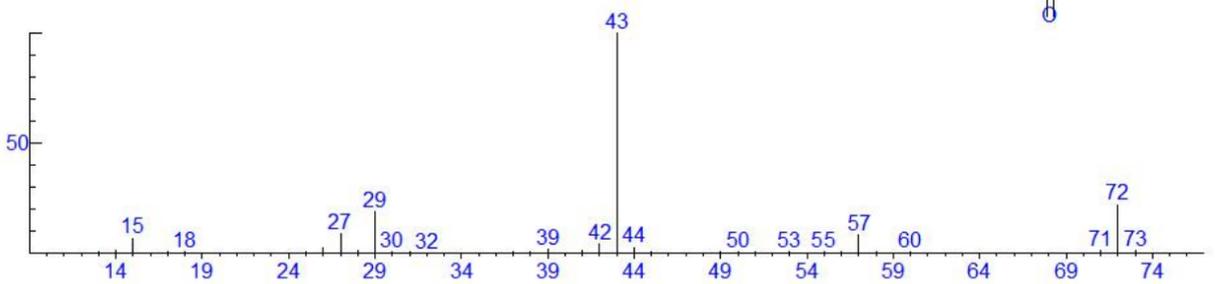
序号	组分名称	百分含量-1	百分含量-2	百分含量-3	百分含量-4	百分含量-5	平均值/%	标准偏差	RSD/%
1	空气	12.99	11.83	12.48	13.10	11.86	12.45	0.601556	4.83
2	水	0.82	0.86	0.79	0.77	0.69	0.79	0.063482	8.08
3	乙醇	11.18	11.60	11.19	10.82	11.26	11.21	0.277489	2.48
4	异丙醇	0.05	0.05	0.05	0.04	0.04	0.05	0.005477	11.91
5	乙酸甲酯	20.17	19.28	20.29	20.61	20.27	20.12	0.49988	2.48
6	2-丁酮	2.50	2.62	2.56	2.49	2.39	2.51	0.085849	3.42
7	乙酸乙酯	21.98	22.17	22.20	22.48	22.56	22.28	0.23816	1.07
8	丙二醇单甲醚	0.11	0.13	0.12	0.10	0.11	0.11	0.011402	10.00
9	正丁醇	0.09	0.10	0.09	0.08	0.08	0.09	0.008367	9.51
10	甲基环己烷	0.05	0.05	0.05	0.05	0.04	0.05	0.004472	9.32
11	1,2-二氯丙烷	1.86	1.94	1.87	1.81	1.84	1.86	0.04827	2.59
12	乙基环戊烷	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.03	0.004472	15.97
13	乙酸丙酯	5.71	6.16	5.75	5.52	5.79	5.79	0.233302	4.03

### 质谱图及检索结果

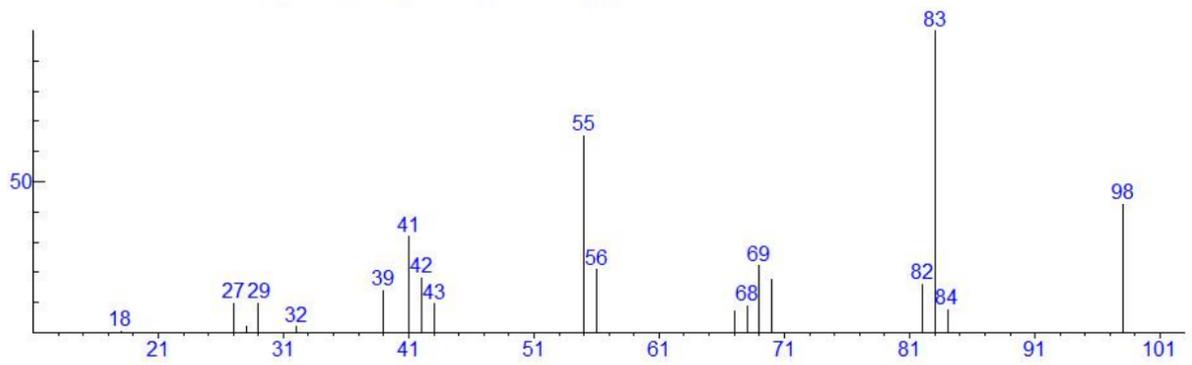
未知物6:时间:6.27 基峰:m/z 43.0(1178623) 峰号:6 扫描点:752



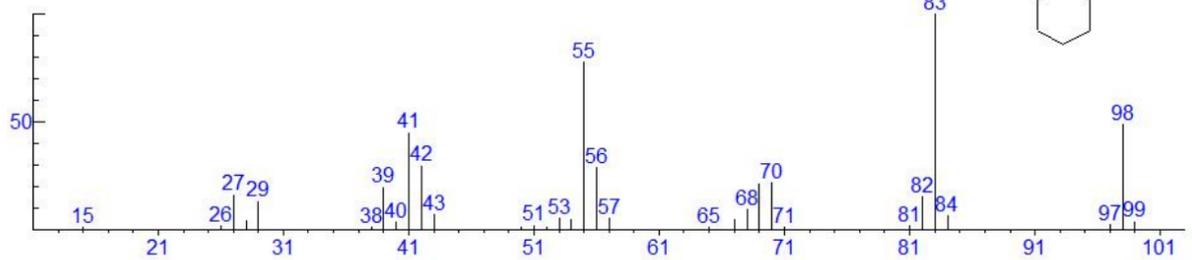
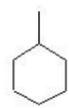
2-丁酮  
2-Butanone  
库:mainlib 编号:10206 分子式:C4H8O 分子量:72 离子数量:38  
SI%:92 CAS#:78-93-3 NIST#:228000



未知物10:时间:9.55 基峰:m/z 83.0(12101) 峰号:10 扫描点:1147



甲基环己烷  
Cyclohexane, methyl-  
库:replib 编号:14826 分子式:C7H14 分子量:98 离子数量:32  
SI%:92 CAS#:108-87-2 NIST#:427667



### 实验总结

本文依据 GDOHTQC001-2020 化学品中挥发性有机物检测方法, 通过顶空进样

与气相色谱-质谱联用技术（GC-MS），建立了油漆样品中挥发性有机物的测定方法。使用 VF-624ms 毛细管柱对样品中的各组分进行有效分离，并通过质谱检测技术进行鉴定。研究共识别出 16 种组分，所有组分的检索相似度均超过 85%，且面积百分含量的重复性表现良好，满足了相关检测标准的要求。