ICS 97.200

CCS Y 57

GB/T 38510—2020

GB/T 38510—2020

静态顶空-气相色谱法

dspace sampling method

Static hea

2020-10-01 发布

2020-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目　　次

前言 …… II

1　范围

类等。

2　试剂和材料

2.1　甲醇(CH_3OH)

2.2　苯(或甲苯)

2.3　1,2,5-三甲苯(C_9H_{12})标准溶液：2 000 mg/L，市售标准品，甲醇溶剂。

2.4　正己烷(C_6H_{14})

2.5　环己酮($C_6H_{10}O$)：市售标准品，99.0%(质量分数)。

2.6　硝基苯($C_6H_5NO_2$)标准溶液：5 000 mg/L，市售标准品，甲醇溶剂。

2.7　二氯甲烷(CH_2Cl_2)

2.8　异辛烷(2,2,4-三甲基戊烷)：色谱纯，99.5%(质量分数)。

2.9　三氯乙烯(C_2HCl_3)标准溶液：1 000 mg/L，市售标准品，甲醇溶剂。

2.10　内标物标准储备溶液：准确移取适量甲苯-d_8标准品(2.10)于10 mL容量瓶中，用甲醇(2.1)定容，配制浓度为2 000 mg/L的内标物标准储备溶液，4 ℃冷藏保存，有效期为1个月。

2.11　1,2-二甲苯-d_{10}内标物标准储备溶液：准确移取适量甲苯-d_8标准品(2.10)于10 mL容量瓶中，用甲醇(2.1)定容，配制浓度为2 000 mg/L的内标物标准储备溶液，4 ℃冷藏保存，有效期为1个月。

2.12　内标物标准使用溶液：准确移取适量甲苯-d_8标准品(2.10)和1,2-二甲苯-d_{10}标准品(2.11)于10 mL容量瓶中，用甲醇(2.1)定容，配制浓度为200 mg/L的内标物标准使用溶液，4 ℃冷藏保存，有效期为1个月。

2.13　[illegible]

3.2 气相色谱/质谱联用仪：配电子轰击(EI)电离源。

3.3 静态顶空进样器：温度控制范围室温至300 ℃，进样针加热温度可达300 ℃。

3.4 电子天平：感量0.1 mg。

3.5 微量注射器：10 μL、50 μL。

3.6 顶空进样瓶压盖器。

3.7 [illegible]

3.8 棕色玻璃容量瓶：5 mL、10 mL。

4 气相色谱/质谱联用法

4.1 原理

[illegible]

4.2 分析步骤

4.2.1 样品处理

[illegible]

加样品中待测物含量过高，应酌情调整称样量。

4.2.2 测定条件

4.2.2.1 顶空进样器条件

[illegible]

a) 平衡温度：90 ℃；

b) 平衡时间：45 min；

c) 传输线温度：170 ℃；

d) 加压时间：1.0 min；

e) 拔针时间：0.2 min；

f) 进样量：1 mL；

g) 进样针温度：160 ℃。

4.2.2.2 气相色谱质谱条件

[illegible]

a) 载气：高纯氦

离方式：EI；

离能量：70 eV；

4.2.3 标准工作曲线的绘制

4.5 检出限和定量限

表 2 检出限和定量限

序号	化合物名称	检出限 mg/kg	定量下限 mg/kg	序号	化合物名称	检出限 mg/kg	定量下限 mg/kg
2	正己烷	1.0	2.0	8	邻-二甲苯	1.0	2.5
3	苯	1.0	2.5	9	环己酮	1.5	3.0

5 气相色谱法

5.2 分析步骤

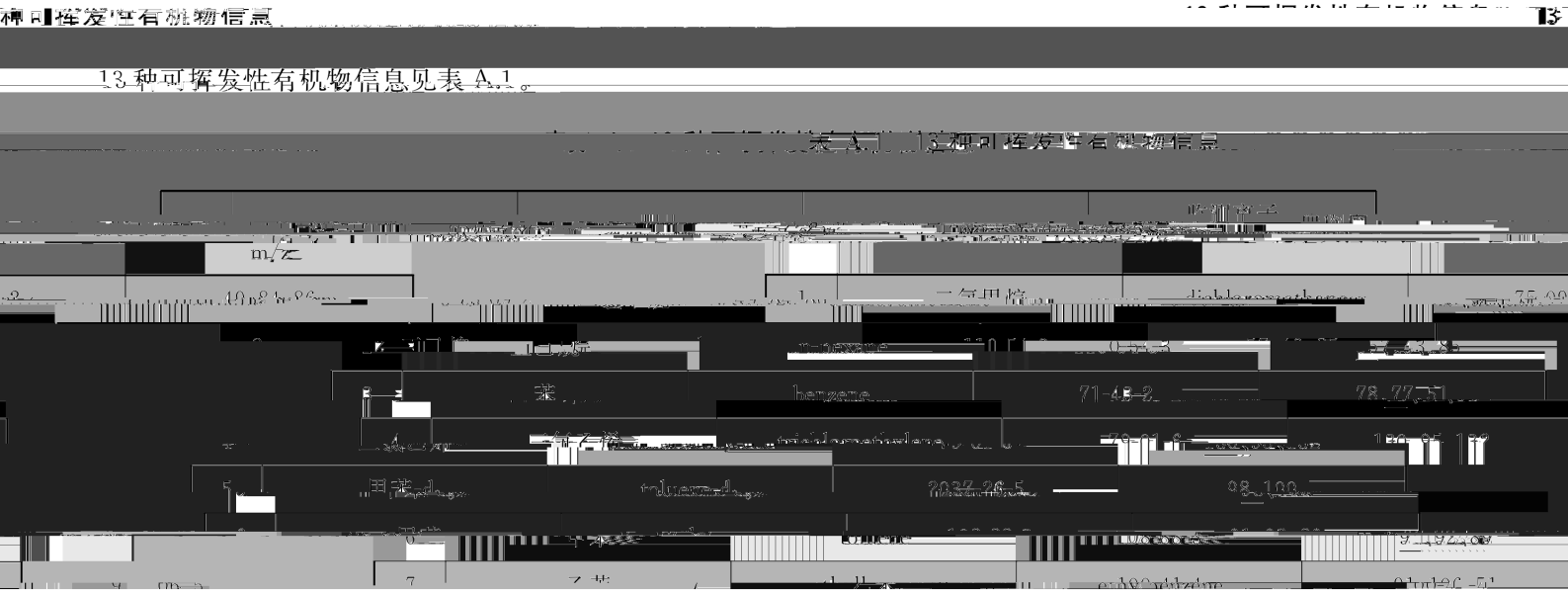
5.2.2 测定条件

同 4.2.2.1。

b) 程

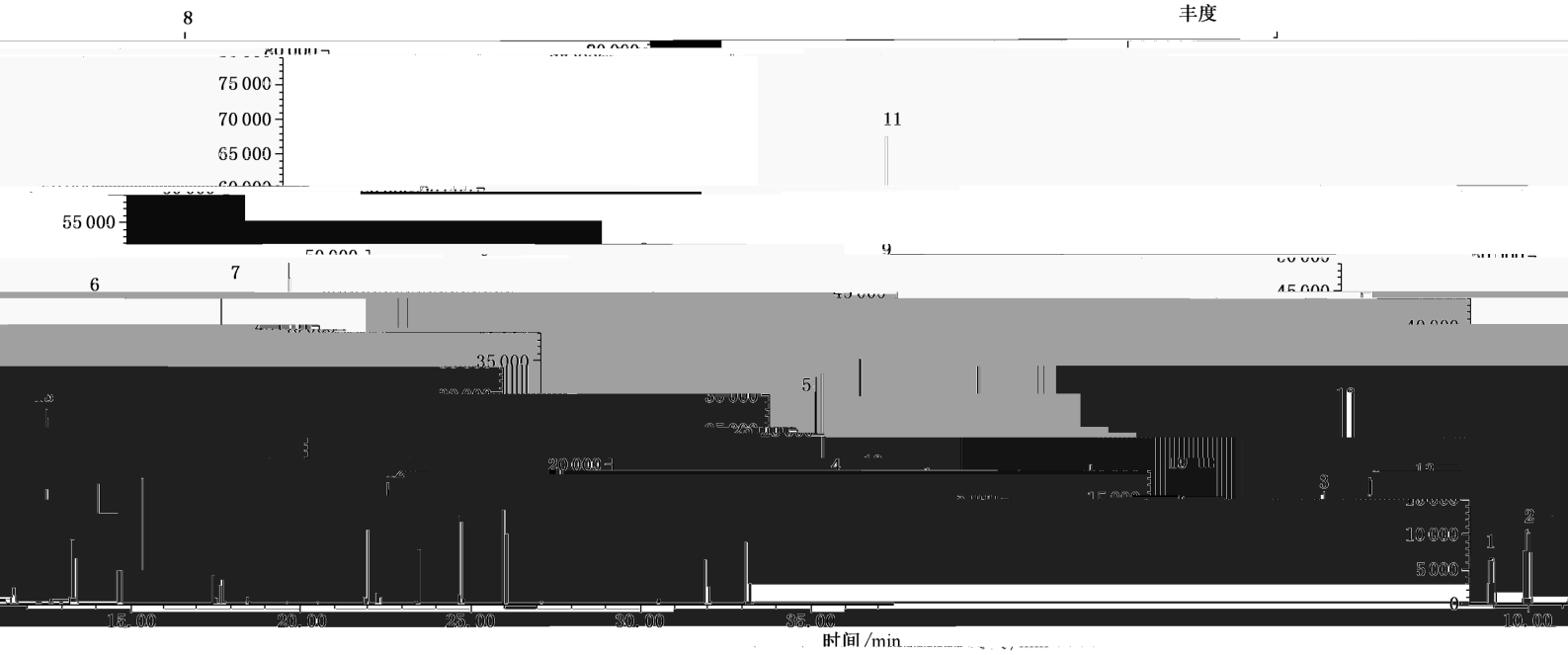
附 录 A
（资料性附录）

13种可挥发性有机物信息见表 A.1。



附 录 B

（资料性附录）



说明：

1 ——二氯甲烷：8.94 min；

2 ——正己烷：10.00 min；

3 ——苯：13.35 min；

4 ——甲苯：17.57 min；

5 ——乙苯：

6 ——间、对-二甲苯：22.30 min；

7 ——邻-二甲苯：23.46 min；

8 ——环己酮：24.73 min；

9 ——1,3,5-三甲苯：26.03 min；

10 ——硝基苯：31.07 min；

11 ——异佛尔酮：33.18 min。

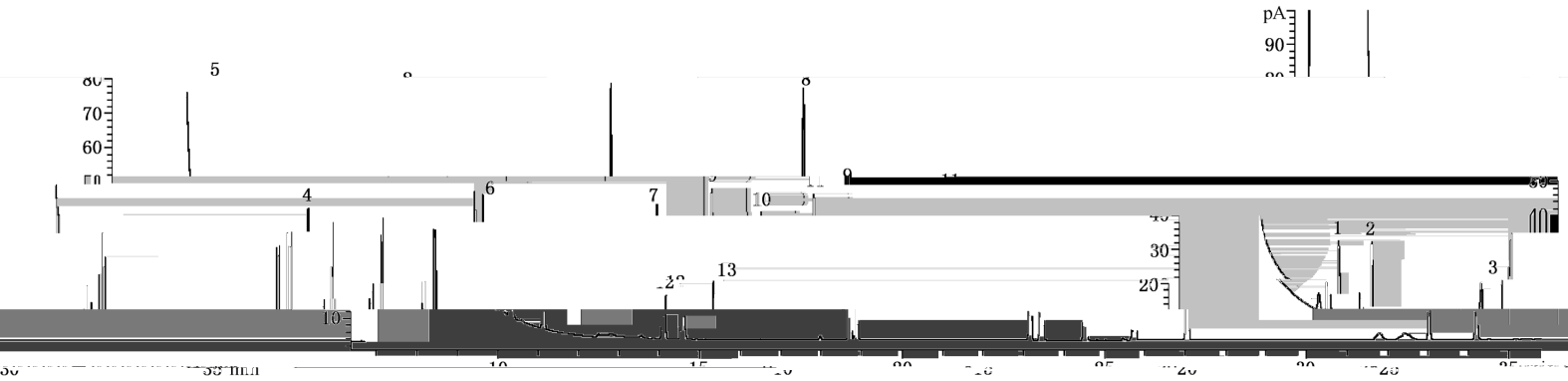
图 B.1 18 种可挥发性有机物质谱离子监测色谱图

（资料性附录）

标准物质气相色谱图

标准物质气相色谱图见图C.1。

13种可挥发性有机物



说明：

1 ——二氯甲烷：10.30 min；

2 ——正己烷：11.12 min；

3 ——苯：14.09 min；

4 ——三氯乙烯：14.54 min；

5 ——甲苯：18.58 min；

6 ——氯苯：23.80 min；

7 ——乙苯：23.16 min；

8 ——间、对-二甲苯：23.47 min；

9 ——邻-二甲苯：24.54 min；

10——环己酮：25.76 min；

11——1,3,5-三甲苯：27.06 min；

12——硝基苯：33.04 min；

13——异佛尔酮：34.21 min。