ICS 13.100.
CCS C 52

T/BPMA

北 京 预 防 医 学 会　　团 体 标 准

T/BPMA XXXX—XXXX

空气中 16 种多环芳烃的测定 气相色谱三重四极杆质谱法

Determination of 16 kinds of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Workplace air by Gas Chromatography Triple Quadrupole Tandem Mass Spectrometry

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

北京预防医学会　　发 布

目　　次

前　　言 II
1 范围 1
2 规范性引用文件 1
3 术语和定义 1
4 原理 1
5 试剂和材料 1
6 仪器 2
7 采样和保存 2
8 测定步骤 2
9 结果计算和表述 3
10 方法检测的灵敏度、准确度、精密度 3
附　录　A　（资料性）目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号 4
附　录　B　（资料性）目标化合物及内标物的主要质谱参数 5
附　录　C　（资料性）目标化合物及内标物标准溶液特征离子质量色谱图 6
附　录　D　（资料性）方法测定的灵敏度 8

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由北京市疾病预防控制中心提出。

本文件由北京市预防医学会归口。

本文件起草单位：北京市疾病预防控制中心、北京市朝阳区疾病预防控制中心、北京市通州区疾病预防控制中心。

本文件主要起草人：胡晓宇、刘浏、傅佳、张妍、毛红霞、王硕、王建国、雷凯。

空气中 16 种多环芳烃的测定
气相色谱三重四极杆质谱法

1 范围

本部分规定了空气中16种多环芳烃类化合物的气相色谱-三重四级杆质谱法。
本部分适用于空气中16种多环芳烃类化合物的浓度检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 2.1 工作场所有害因素职业接触限值
GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

空气中的蒸气态和气溶胶态16种多环芳烃用玻璃纤维滤膜串联XAD-2固体吸附器采集，用环己烷超声洗脱60 min，后经气相色谱-三重四极杆质谱法分离检测，内标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，本方法所用试剂均为色谱纯。

5.1 试剂

5.1.1 **环己烷（C_6H_{12}）**：色谱纯。

5.1.2 **甲醇（CH_3OH）**：色谱纯。

5.2 标准品

16种目标化合物和6种内标物的中英文名称和CAS号信息见附录A。

5.2.1 **16 种多环芳烃标准溶液**：ρ =500 mg/L，市售有证标准溶液。

5.2.2 **6 种内标标准溶液**：ρ =4000 mg/L，市售有证标准溶液。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 **混合标准使用液**：准确吸取 16 种多环芳烃标准溶液 0.20 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇配制为 2.00 mg/L 的混合标准使用液。

5.3.2 **混合内标中间液**：准确吸取混合内标标准溶液 0.25 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇配制为 100.0 mg/L 的混合内标中间液。

5.3.3 **混合内标使用液**：准确吸取 100.0 mg/L 的混合内标中间液 0.50 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇配制为 1.00 mg/L 的混合内标使用液。

5.3.4 **混合标准系列液**：分别准确吸取一定量的混合标准使用液和混合内标使用液，用甲醇配制 16 种多环芳烃浓度为: 10 μg/L，20 μg/L，50 μg/L，100 μg/L，200 μg/L，500 μg/L，1000 μg/L 的混合标准系列，内标浓度为 20 μg/L。

5.4 材料

5.4.1 **玻璃纤维滤膜**：（2 μm，37 mm）串联 XAD-2 固体吸附器（100/50 mg），或市售同类型采样器。

5.4.2 **溶剂解吸瓶**：12 mL。

5.4.3　样品瓶：1.5 mL。

6　仪器

6.1　气相色谱-三重四级杆质谱联用仪：配电子轰击离子源（EI）。
6.2　采样泵。
6.3　超声清洗仪。
6.4　旋涡混合器。

7　采样和保存

7.1　采样

7.1.1　短时间采样：

在采样点，打开采样装置XAD-2大孔树脂吸附管前串联玻璃纤维滤膜的采样夹两端，以2 L/min流量采集15 min空气样品。

7.1.2　长时间采样：

在采样点，打开采样装置玻璃纤维滤膜串联XAD-2大孔树脂吸附管的采样夹两端，以2 L/min流量采集2 h~8 h空气样品。

7.2　空白采样

将采样装置玻璃纤维滤膜串联XAD-2大孔树脂吸附管的采样夹带至采样点，除不连接采样器采集空气样品外，其余操作同试样采样（7.1）。每批次样品不少于2个空白。

7.3　试样和空白的保存

采样后，立即封闭采样夹进出气口和吸附管两端使用铝箔纸包裹，置于清洁容器4 ℃条件下运输和保存。

8　测定步骤

8.1　样品的处理

将采集样品后的吸附管中的玻璃纤维滤膜及XAD-2大孔树脂前段分别取出，去静电后放入样品瓶中，避光静置一夜后加入10 mL环己烷解吸液，超声洗脱60 min，取1.0 mL解吸液加入适量内标使用液（5.3.3），待测。

8.2　空白试验

按照与样品的处理（8.1）相同步骤制备空白溶液。

8.3　仪器分析条件

8.3.1　气相色谱条件

a）　色谱柱：30 m×0.25 mm×0.25 μm，（5 %-苯基）-甲基聚硅氧烷；
b）　进样口温度：280 ℃，不分流高压（250 kPa）进样；
c）　柱温：起始温度 50 ℃，保持 2 min，以升温速率 20 ℃/min 升温至 180 ℃，保持 0 min，2.5 ℃/min 升温至 290 ℃，保持 2.5 min，总运行时间 55 min；
d）　进样量：1.0 μL，柱流量：1.00 mL/min；
e）　线速度：40 μL/min（恒线速进样）；
f）　载气：氦气；
g）　吹扫：3.0 mL/min；

8.3.2　质谱条件

a）　离子化进样方式：EI；
b）　离子源温度：230 ℃；
c）　接口温度：280 ℃；
d）　检测器电压：相对于调谐电压+0.6 KV；
e）　质量扫描范围：45～500；
f）　溶剂延迟时间：4.5 min；

g） 数据采集模式：多反应监测模式（MRM）；

h） 16 种目标化合物及 6 种内标物色谱峰的质谱参数见附录 B，标准溶液特征离子质量色谱图见附录 C。

8.4 定性测定

通过样品中目标化合物与标准系列中目标化合物的保留时间、质谱图、碎片离子质荷比及其丰度等信息比较，对目标物进行定性分析。

多次分析标准溶液得到目标物的保留时间均值，以平均保留时间＋3倍的标准偏差为保留时间窗口，样品中目标物的保留时间应在其范围内。

目标化合物标准质谱图中相对丰度高于30 %的所有离子均应在样品质谱图中存在，样品质谱图和标准质谱图中上述特征离子的相对丰度偏差应在30 %之内。

部分特殊的离子如分子离子峰，即使其相对丰度低于30 %，也应该作为判别化合物的依据。

8.5 定量测定

在气相色谱-三重四极杆质谱分析条件下分别进样混合标准系列溶液，以目标物峰面积与对应内标物峰面积比为纵坐标，目标物浓度与内标物浓度比为横坐标，绘制标准工作曲线，并用标准工作曲线对样品溶液进行定量。标准工作溶液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内，如果样液含量超过标准曲线范围，则应重新取样测定。

当样品中目标化合物的定量离子对有干扰时，可使用辅助离子对定量。

9 结果计算和表述

按公式（1）计算空气中16种PAHs各组分浓度：

$$C = \left(\frac{C_1 \times V_1}{V_0 \times D_1} + \frac{C_2 \times V_2}{V_0 \times D_2}\right) \times 10^{-3} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

C —空气样本中16种PAHs各组分浓度，mg/m^3；

C_1 —玻璃纤维滤膜洗脱液中各组分浓度，μg/L；

C_2 —XAD-2吸附管前后段解吸液中各组分浓度，μg/L；

V_1 —玻璃纤维滤膜洗脱液体积，mL；

V_2 —XAD-2吸附管解吸液体积，mL；

V_0 —标准采样体积，L；

D_1 —玻璃纤维滤膜洗脱效率，%;

D_2 —XAD-2吸附管解吸效率，%

10 方法检测的灵敏度、准确度、精密度

10.1 灵敏度

进样量按1 μL计算，使用浓度的PAHs标准溶液重复测定10次，用标准差发计算方法的检出限，见附录D。

10.2 准确度

本法的加标回收率范围为82 %~120 %。

10.3 精密度

本法的批内相对标准偏差≤20 %，本法的批间相对标准偏差≤20 %。

附 录 A
（资料性）
目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号

本方法目标化合物及内标物中英文名称和CAS号见表A.1。

表A.1 目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号

序号	中文通用名称	英文通用名称	CAS号	分子式
1	萘	Naphthalene	91-20-3	$C_{10}H_8$
2	苊烯	Acenaphthylene	208-96-8	$C_{12}H_8$
3	苊	Acenaphthene	83-32-9	$C_{12}H_{10}$
4	芴	Fluorene	86-73-7	$C_{13}H_{10}$
5	菲	Phenanthrene	85-01-8	$C_{14}H_{10}$
6	蒽	Anthracene	120-12-7	$C_{14}H_{10}$
7	荧蒽	Fluoranthene	206-44-0	$C_{16}H_{10}$
8	芘	Pyrene	129-00-0	$C_{16}H_{10}$
9	苯并[a]蒽	Benz[a]anthracene	56-55-3	$C_{18}H_{12}$
10	䓛	Chrysene	218-01-9	$C_{18}H_{12}$
11	苯并[b]荧蒽	Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	$C_{20}H_{12}$
12	苯并[k]荧蒽	Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	$C_{20}H_{12}$
13	苯并[a]芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8	$C_{20}H_{12}$
14	茚并[1,2,3-cd]芘	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	$C_{22}H_{12}$
15	二苯并[a,h]蒽	Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3	$C_{22}H_{14}$
16	苯并[g,h,i]苝	Benzo[g,h,i]perylene	191-24-2	$C_{22}H_{12}$
I-1	1，4-二氯苯-D4	1,4-Dichlorobenzene-D4	3855-82-1	$C_6D_4Cl_2$
I-2	萘-D8	Naphthalene-D8	1146-65-2	$C_{10}D_8$
I-3	苊-D10	Acenaphthene-D10	15067-26-2	$C_{12}D_{10}$
I-4	菲-D10	Phenanthrene-D10	1517-22-2	$C_{14}D_{10}$
I-5	䓛-D12	Chrysene-D12	1719-03-5	$C_{18}D_{12}$
I-6	苝-D12	Perylene-D12	1520-96-3	$C_{20}D_{12}$

附　录　B
（资料性）
目标化合物及内标物的主要质谱参数

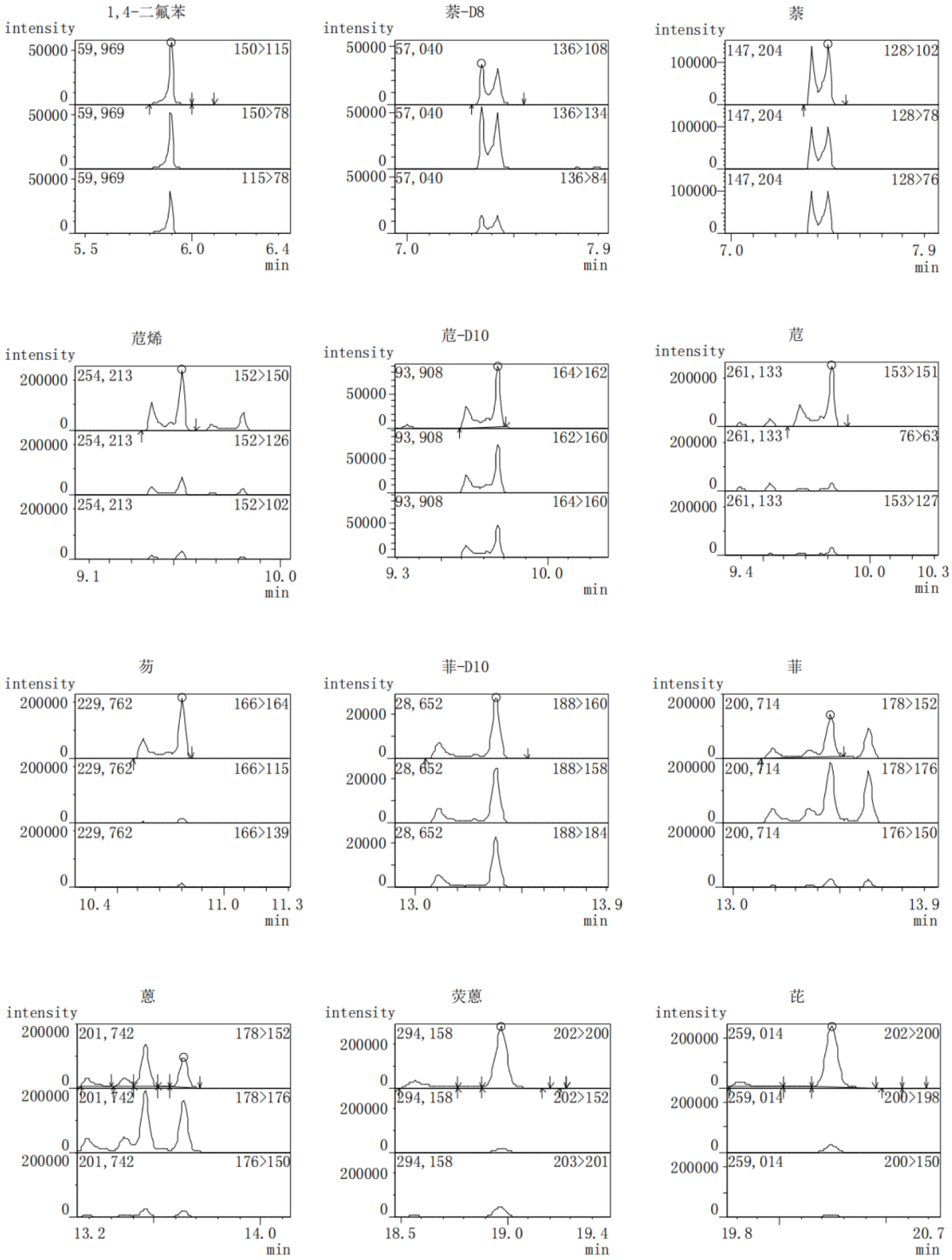
本方法目标化合物及内标物的主要质谱数见表B.1。

表B.1 目标化合物及内标物的主要质谱参数

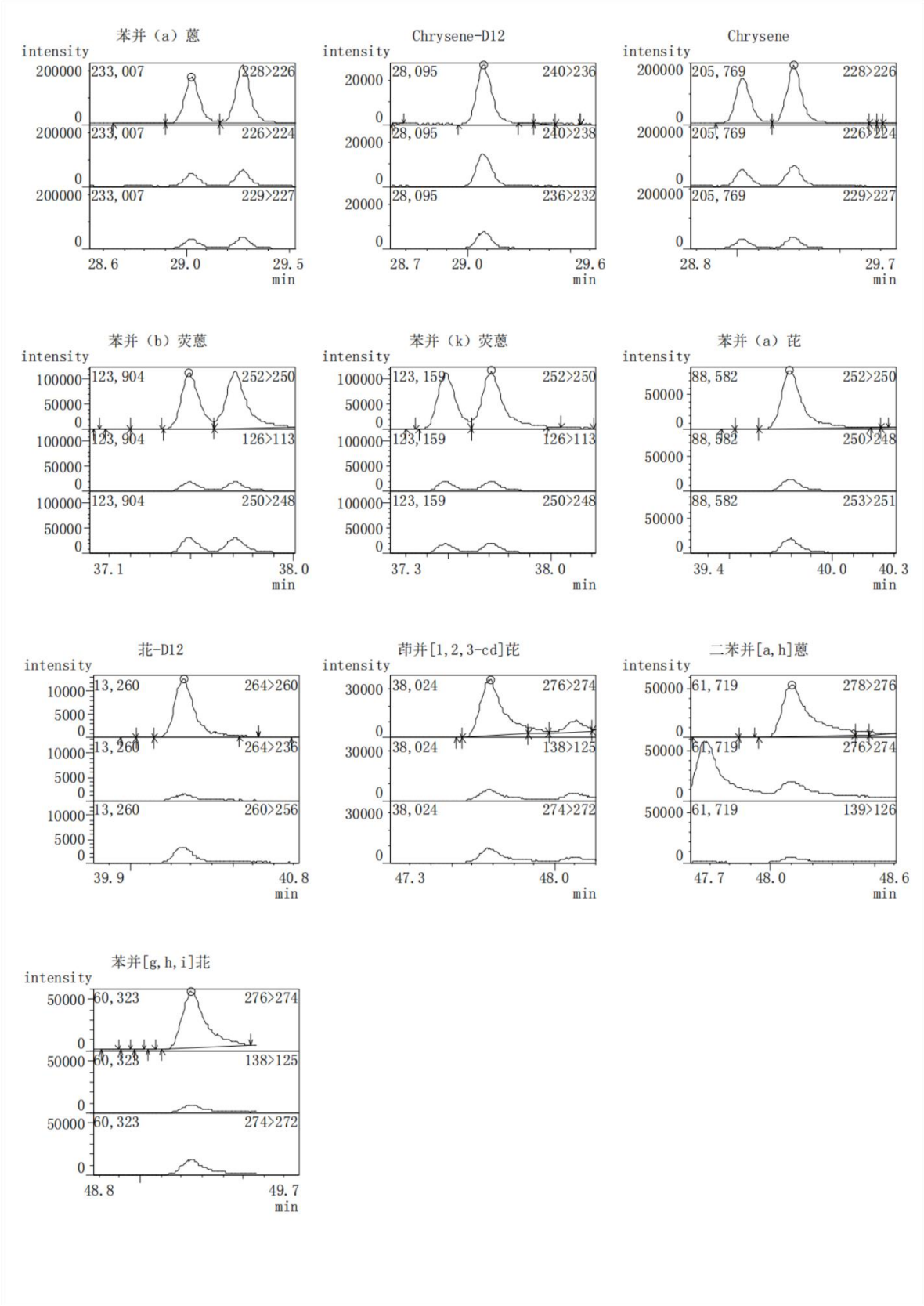
出峰顺序	目标化合物	定量内标	定量离子对（CV）	定性离子对（CV）	
1	1，4-二氯苯-D_4（I-1）		150.00>115.10(24)	150.00>78.10(24)	115.00>78.10(18)
2	萘-d_8（I-2）		136.00>108.10(18)	136.00>134.20(18)	136.00>84.10(24)
3	萘	2	128.00>102.10(18)	128.00>78.10(18)	128.00>76.10(27)
4	苊烯	2	152.00>150.10(27)	152.00>126.10(27)	152.00>102.10(27)
5	苊-d_{10}（I-3）		164.00>162.20(15)	162.00>160.20(18)	164.00>160.20(27)
6	苊	3	153.00>151.10(27)	76.00>63.00(6)	153.00>127.10(27)
7	芴	3	166.00>164.20(30)	166.00>115.20(30)	166.00>139.20(30)
8	菲-d_{10}（I-4）		188.00>160.10(24)	188.00>158.10(27)	188.00>184.20(27)
9	菲	4	178.00>152.10(21)	178.00>176.10(27)	176.00>150.10(21)
10	蒽	4	178.00>152.10(21)	178.00>176.10(27)	176.00>150.10(18)
11	荧蒽	4	202.00>200.10(27)	202.00>152.10(27)	203.00>201.10(27)
12	芘	4	202.00>200.10(30)	200.00>198.10(30)	200.00>150.10(27)
13	苯并[a]蒽	4	228.00>226.10(27)	226.00>224.10(30)	229.00>227.10(27)
14	䓛-d_{12}（I-5）		240.00>236.20(27)	240.00>238.10(27)	236.00>232.10(30)
15	䓛	5	228.00>226.10(30)	226.00>224.10(27)	229.00>227.10(30)
16	苯并[b]荧蒽	5	252.00>250.10(30)	126.00>113.10(9)	250.00>248.0(27)
17	苯并[k]荧蒽	5	252.00>250.10(30)	126.00>113.10(9)	250.00>248.0(36)
18	苯并[a]芘	5	252.00>250.10(30)	250.00>248.00(33)	253.00>251.10(27)
19	苝-d_{12}（I-6）		264.00>260.10(30)	264.00>235.90(30)	260.00>256.20(30)
20	茚并[1,2,3-cd]	6	276.00>273.90(39)	138.00>125.10(9)	274.00>271.90(36)
21	二苯并[a,h]蒽	6	278.00>276.10(27)	276.00>274.10(27)	139.00>126.00(9)
22	苯并[G,H,I]苝	6	276.00>273.90(39)	138.00>125.10(9)	274.00>272.00(33)

附　录　C
（资料性）
目标化合物及内标物标准溶液特征离子质量色谱图

本方法目标化合物及内标物标准溶液特征离子质量色谱图见图C.1。



图C.1 目标化合物及内标物标准溶液特征离子质量色谱图



图C.2 目标化合物及内标物标准溶液特征离子质量色谱图（续）

附 录 D
（资料性）
方法的灵敏度

本方法的灵敏度见表D.1。

表D.1 方法的灵敏度

序号	目标化合物	检出限（$\mu g/L$）
1	萘	19.1
2	苊烯	10.9
3	苊	13.4
4	芴	11.5
5	菲	46.9
6	蒽	35.9
7	荧蒽	22.4
8	芘	19.4
9	苯并[a]蒽	28.7
10	䓛	13.6
11	苯并[b]荧蒽	14.3
12	苯并[k]荧蒽	13.9
13	苯并[a]芘	14.1
14	茚并[1,2,3-cd]芘	16.3
15	二苯并[a,h]蒽	26.0
16	苯并[g,h,i]苝	28.8