ICS 71.080.15
CCS Y40

团　　体　　标　　准

T / YCXGH 003-2023

燃香类产品烟气颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in particle-phase of incense after burning　Gas chromatography mass spectrometer method

2023 - 12 - 29 发布　　2023 - 12 - 29 实施

永 春 县 香 制 品 同 业 公 会　　发 布

全国团体标准信息平台

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家燃香类产品质量监督检验中心（福建）提出。

本文件由永春县香制品同业公会归口。

本文件主要起草单位：国家燃香类产品质量监督检验中心（福建）、泉州师范学院化工与材料学院、福建师范大学化学与材料学院、厦门华厦学院、永春县达埔彬达制香厂有限公司、泉州永春达盛香业股份有限公司、泉州恩顺工艺有限公司、瑞香堂（福建）生物科技有限公司、福建远东技术服务有限公司、永春县达埔联发香业有限公司、福建百轩香业有限公司、福建和泰香业有限公司、福建兴全香业有限公司。

本文件主要起草人：蔡美贞、上官京、康秀棠、林铨杰、叶应祥、陈金凤、姚梓竹、郭志勇、曾志彬、洪炜盛、黄冠玮、钟仁彬、李建勇、林伟斌、林金泽、叶华东、洪仲森。

全国团体标准信息平台

燃香类产品烟气颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了测定燃香类产品烟气颗粒物中十六种多环芳烃的气相色谱-质谱法。

本文件适用于燃香类产品燃烧产生颗粒物中萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并(a)蒽、䓛、苯并(b)荧蒽、苯并(k)荧蒽、苯并(a)芘、茚并(1,2,3-c,d)芘、二苯并(a,h)蒽、苯并(g,h,i)苝的测定。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 646 环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱仪-质谱法

3 术语和定义

HJ 646界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

内标 internal standards

样品中不含有的化合物，在样品分析之前加入已知量，用于目标化合物的定量分析。

[来源：HJ 646-2013, 3.3]

4 方法原理

燃香类产品烟气颗粒物中多环芳烃收集于石英滤膜上，使用 1+1（V/V）正己烷/二氯甲烷的混合溶剂超声提取，提取液经过浓缩、定容、过滤后进行气相色谱-质谱联用仪（GC/MS）检测，根据保留时间、特征离子进行定性，内标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时使用符合GB/T 6682的蒸馏水。

5.1 正己烷（C_6H_{14}）：色谱纯

5.2 二氯甲烷（CH_2Cl_2）：色谱纯。

5.3 内标溶液

5.3.1 内标贮备液

直接购买市售有证标准溶液，含萘-D_8、苊-D_{10}、菲-D_{10}、䓛-D_{12}、苝-D_{12}。

5.3.2 内标使用溶液

将内标贮备液（5.3.1）用正己烷（5.1）稀释为 50 μg/mL 备用。

5.4 标准溶液

5.4.1 多环芳烃标准贮备液

直接购买市售有证标准溶液，含萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并(a)蒽、䓛、苯并(b)荧蒽、苯并(k)荧蒽、苯并(a)芘、茚并(1,2,3-c,d)芘、二苯并(a,h)蒽、苯并(g,h,i)苝。

5.4.2 多环芳烃标准使用溶液

将多环芳烃标准贮备液（5.4.1）用正己烷（5.1）稀释为 50 μg/mL 备用。

5.5 样品提取液

1+1（V/V）正己烷/二氯甲烷混合溶液。

5.6 石英滤膜

直径 37 mm。使用前在马弗炉中 450 ℃加热 4 h 以上，冷却后用铝箔纸包好，保证滤膜在采样前和采样后不受污染，并在采样前处于平展不受折状态。

5.7 过滤器

聚四氟乙烯材质，孔径为 0.22 μm 或 0.45 μm。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪：质谱仪采用电子轰击电离源。

6.1.1 色谱柱：毛细管色谱柱，30 m（长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 5%苯基甲基聚硅氧烷。

6.1.2 氦气：纯度≥99.999%。

6.2 采样设备

6.2.1 采样舱：1 m^3 不锈钢舱体。

6.2.2 采样器：流量设定不低于 10 L/min。

6.2.3 采样头：具有滤膜夹。

6.3 流量计

可设定流量不低于10 L/min，采样前用标准流量计对采样流量进行校准。

6.4 旋转蒸发仪。

6.5 超声清洗机。

6.6 容量瓶：1 mL。

6.7 分析天平：感量 0.1 mg。

6.8 温湿度记录仪。

6 样品

7.1 样品采集

采集前先清洗采样舱，通风10 min以上，对采样器的流量进行校正。称取0.8 g样品，放置干燥至恒重的滤膜到滤膜夹，安装好滤膜夹，连接采样器，点燃样品后开始采样并记录采样的温度和湿度。样品燃烧完后继续采集30 min,采样结束后打开滤膜夹，用镊子轻轻取下滤膜，采样面向里对折，用铝箔纸包好。

7.2 样品保存

样品采集后应避光于4 ℃以下冷藏，7日内提取完毕；或在-15 ℃以下保存，30日内完成提取。

7.3 样品提取

将采样后的滤膜剪成小块，装入样品瓶中，加入 10 mL 样品提取液（5.5）超声萃取 30 min，将提取液转移到 50 mL 圆底烧瓶中，重复上述步骤一次并合并提取液。33 ℃旋转蒸发浓缩至 1 mL 左右，加入 5 mL 正己烷（5.1），继续浓缩至 1 mL 以下，加入 8 μL 内标使用液（5.3.2），用正己烷（5.1）定容至 1 mL，用过滤器将滤液过滤至样品瓶。

7.4 样品空白

在不点燃样品的条件下，按 7.1 步骤进行采集，按 7.3 步骤进行提取。

7 分析步骤

8.1仪器的参考条件

8.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度：290 ℃；流速：1.2 mL/min；进样量：1 μL；进样方式：不分流进样；载气：氦气（6.1.2）；柱温升温程序：50 ℃保持 5 min，以 10 ℃/min 速率升到 260 ℃，再以 6 ℃/min 升到 300 ℃，保持 6 min。

8.1.2 质谱参考条件

溶剂延迟时间：11 min；离子源温度：230 ℃；传输线温度：280 ℃；四级杆温度：150 ℃；测定模式：选择离子监测模式。

7.2 化合物定性定量方法

根据目标化合物的相对保留时间和特征离子定性，根据定量离子峰面积采用内标法定量。多环芳烃的标准谱图见图1，定性离子、定量离子、各目标物的内标见附录A。

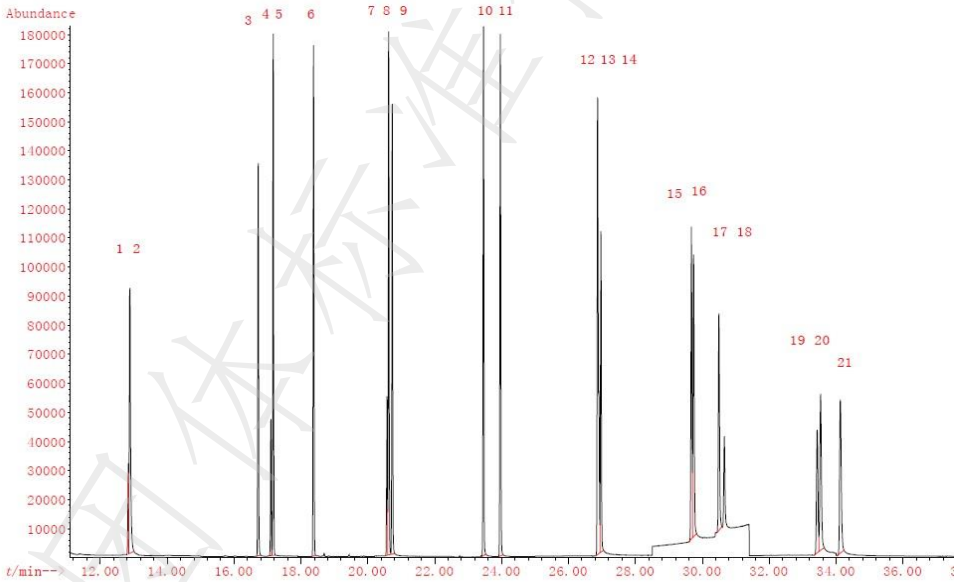

图 1 多环芳烃标准总离子流图

注： 1-萘-D_8；2-萘；3-苊烯；4-苊-D_{10}；5-苊；6-芴；7-菲-D_{10}；8-菲；9-蒽；10-荧蒽；11-芘；12-苯并(a)蒽；13-䓛-D_{12}；14-䓛；15-苯并(b)荧蒽；16-苯并(k)荧蒽；17-苯并(a)芘；18-苝-D_{12}；19-茚并(1,2,3-c,d)芘；20-二苯并(a,h)蒽；21-苯并(g,h,i)苝

7.3 标准曲线的配制

取标准使用液（5.4.2）配制0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 μg/mL标准系列，分别加入8 μL内标使用液（5.3.2）。

7.4 样品的测定

标准曲线绘制完成后，将处理好的样品注入气相色谱-质谱联用仪，按照仪器参考条件（8.1）进行样品测定。根据目标化合物和内标定量离子的峰面积计算样品中目标化合物的浓度。

9 结果的计算和表示

9.1 结果计算

样品中目标化合物的质量浓度（p）按公式（1）计算。

$$P = (P_i - P_0) \times V / m \quad \text{……（1）}$$

公式中：

P——样品中目标化合物的质量浓度，μg/g；

P_i——标准曲线得到样品中目标化合物的质量浓度，μg/mL;

P_0——标准曲线得到空白中目标化合物的质量浓度，μg/mL;

V——样品的浓缩体积，1 mL；

m——样品的燃烧质量，g。

9.2 结果表示

当样品大于 1.00 μg/m^{3}时，结果保留三位有效数字；当样品小于 1.00 μg/m^{3}时，结果保留至小数点后二位。

10 检出限和测定下限

当采集0.8 g样品时，采用选择离子监测模式测定，本方法的检出限为0.4~3.8 ng/g，测定下限为1.6~15.2 ng/g。详见附录B。

11 精密度和准确度

对样品加入0.5 μg的混合标准溶液分别测定6次，实验室内相对标准偏差为0.7%~7.2%。

对样品分别加标0.5 μg和1.0 μg，经过提取、浓缩、过滤、分析过程的加标回收率为77.4%~99.5%，82.0%~101.3%。详见附录B。

12 质量控制和质量保证

12.1 空白试验

每10个样品或每组（不超过10个样品/组）至少测定一个实验室空白。

12.2 基体加标

每10个样品或每组（不超过10个样品/组）至少测定一个基体加标样，基体加标回收率应在70%~130%。

12.3 平行测定

每10个样品或每组（不超过10个样品/组）至少测定一个平行样，其相对偏差不大于20%。

全国团体标准信息平台

附录 A
（资料性附录）
目标化合物信息

附表 A 目标化合物的保留时间、定性离子、定量离子和内标

组分	缩写	保留时间 (min)	定性离子(*m/z*)	定量离子(*m/z*)	内标物
萘-D_8	Nap-D_8	12.841	68,137	136	/
萘	Nap	12.885	129,127	128	Nap-D_8
苊烯	AcPy	16.723	151,153	152	AcP-D_{10}
苊-D_{10}	AcP-D_{10}	17.098	162	164	/
苊	AcP	17.171	153,152	154	AcP-D_{10}
芴	Fluo	18.377	165,167	166	Phe- D_{10}
菲- D_{10}	Phe- D_{10}	20.570	94	188	/
菲	Phe	20.625	179,176	178	Phe- D_{10}
蒽	Ant	20.731	179,176	178	Phe- D_{10}
荧蒽	Flu	23.458	101,203	202	Phe- D_{10}
芘	Pyr	23.963	101,203	202	Phe- D_{10}
苯并(a)蒽	BaA	26.871	114,226,229	228	Chr- D_{12}
䓛-D_{12}	Chr- D_{12}	26.907	241,120	240	/
䓛	Chr	26.970	114,226,229	228	Chr- D_{12}
苯并(b)荧蒽	BbF	29.677	126,253	252	Per- D_{12}
苯并(k)荧蒽	BkF	29.742	126,253	252	Per- D_{12}
苯并(a)芘	Bap	30.501	126,253	252	Per- D_{12}
苝- D_{12}	Per- D_{12}	30.496	260,265	264	/
茚并(1,2,3-c,d)芘	InP	33.436	138,227	276	Per- D_{12}
二苯并(a,h)蒽	DBA	33.539	139,279	278	Per- D_{12}
苯并(g,h,i)苝	BghiP	34.135	138,277	276	Per- D_{12}

附录 B
（资料性附录）
目标化合物的检出限、测定下限、精密度和准确度

附录B 目标化合物的检出限、测定下限、精密度和准确度

组分	检出限(ng/g)	测定下限（ng/g）	实验室内相对标准偏差（%）	准确度			
				加标量（μg）	回收率（%）	加标量（μg）	回收率（%）
萘	2.7	10.8	1.5	0.5	78.6	1.0	94.5
苊烯	2.4	9.7	3.7	0.5	97.8	1.0	98.4
苊	3.7	14.9	1.4	0.5	77.4	1.0	92.4
芴	3.4	13.6	1.6	0.5	93.6	1.0	99.0
菲	3.3	13.2	1.0	0.5	85.7	1.0	94.9
蒽	2.9	11.7	4.8	0.5	98.0	1.0	95.4
荧蒽	3.1	12.4	1.7	0.5	95.2	1.0	96.8
芘	3.8	15.1	1.2	0.5	94.9	1.0	96.4
苯并(a)蒽	0.4	1.7	6.4	0.5	99.5	1.0	101.3
䓛	0.4	1.7	0.7	0.5	91.6	1.0	99.0
苯并(b)荧蒽	0.9	3.7	1.6	0.5	97.7	1.0	82.8
苯并(k)荧蒽	0.9	3.5	2.8	0.5	90.6	1.0	82.0
苯并(a)芘	0.7	2.9	6.8	0.5	89.5	1.0	85.7
茚并(1,2,3-c,d)芘	0.7	2.9	7.2	0.5	88.1	1.0	85.6
二苯并(a,h)蒽	2.3	9.1	5.8	0.5	91.8	1.0	84.1
苯并(g,h,i)苝	3.1	12.2	3.1	0.5	86.2	1.0	84.7