

GC&GCMS 法测定文具中的 6 种苯系物含量

GC-193

摘要：本文建立了气相色谱法测定文具中 6 种苯系物（苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯）的分析方法，并采用气相色谱 - 质谱联用法进行确证。结果表明，在 10~100 mg/L 的浓度范围内，各组分离线性相关系数均在 0.999 以上，线性关系良好。取浓度为 10 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，各组分离峰面积的相对标准偏差（RSD%）均在 2.2% 以下，精密度良好。空白固体胶样品，进行浓度为 500 mg/kg 的加标，平均回收率在 100~103% 之间。本方法操作简单、灵敏度高，可为文具中 6 种苯系物的含量测定提供参考。

关键词：气相色谱法 文具 苯系物

中小学生每天都要与学习文具打交道，文具的安全性直接关系到孩子们的健康。然而，为了油性笔芯等书写文具更流畅、不晕染，有些不法商家会添加苯作为溶剂。大部分文具会散发淡淡香味，有些香味来自人工合成的劣质香料，往往含有苯、乙苯等具有芳香味的有毒物质。涂改类文具深受学生喜爱，一些厂家为了追求“即涂即干”的效果会添加苯系物等做溶剂。苯系物溶解性好、挥发性强，可以通过呼吸道

被人体吸收，轻者可以引起头痛，恶心，眼鼻咽喉发炎，严重的会造成神经系统，血液系统的损害。

本文参照《GB/T 39765-2021 文具中苯、甲苯、乙苯及二甲苯的测定方法 气相色谱法》，采用岛津气相色谱仪测定了文具中 6 种苯系物的含量。方法操作简单、方便，目标物分离好，能够准确定量文具中苯系物的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪

岛津 GCMS-QP2010 SE 气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

1.2.1 GC 条件

色谱柱：SH-Rtx-wax, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：40°C (3 min)_10°C /min_130°C _30°C /min_200°C (3 min)

进样口温度：240°C

分流比：10:1

载气控制方式：恒线速度，25.0 cm/sec

进样量：1 μL

进样方式：分流进样

检测器：FID

检测器温度：250°C

空气流量：400 mL/min

氢气流量：40 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

1.2.2 GCMS 条件

色谱柱：SH-Rtx-wax, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：40°C (3 min)_10°C /min_130°C _30°C /min_200°C (3 min)

进样口温度：240°C

进样量：1 μL

载气控制方式：恒线速度，25.0 cm/sec

离子源温度：200°C

进样方式：分流进样

接口温度：200°C

分流比：10:1

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析

1.3 样品前处理

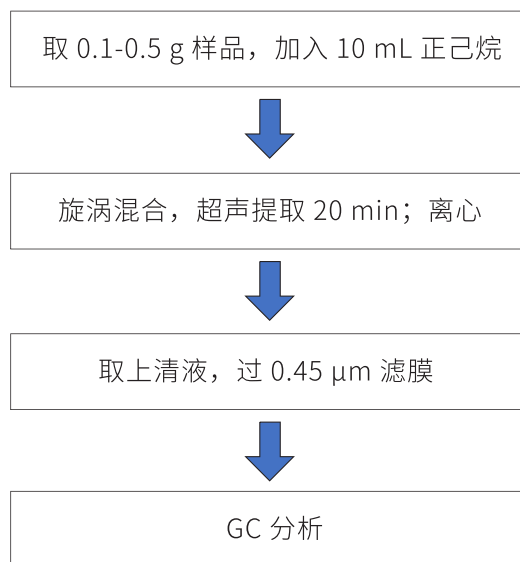


图 1 样品前处理流程图

■ 结果讨论

2.1 标准品图谱

6 种苯系物标准品色谱图如图 1 所示，化合物信息见表 1。

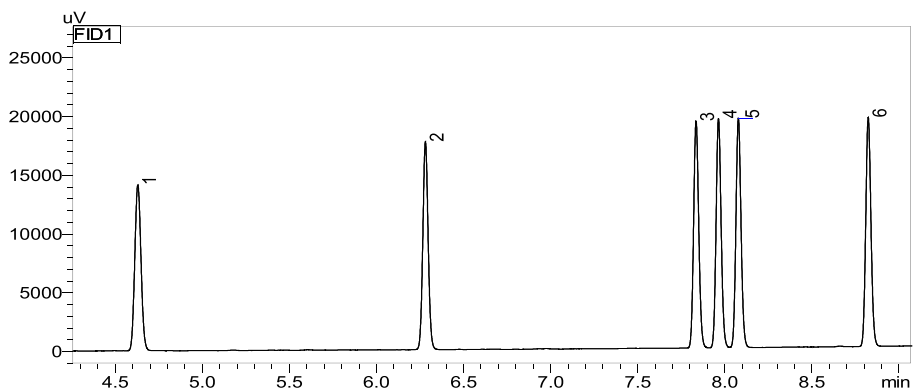


图 2 6 种苯系物标准品色谱图（浓度 40 mg/L）

表 1 相关化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	苯	Benzene	71-43-2	4.630
2	甲苯	Toluene	108-88-3	6.282
3	乙苯	Ethylbenzene	100-41-4	7.836
4	对二甲苯	p-Xylene	106-42-3	7.965
5	间二甲苯	m-Xylene	108-38-3	8.079
6	邻二甲苯	o-Xylene	95-47-6	8.824

2.2 标准曲线及检出限

使用正己烷配制混合标准系列，各目标组分浓度分别为 10、20、40、60、80 和 100 mg/L。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，标准曲线如图 3 所示。根据 10 mg/L 标准品数据，以 3 倍信噪比计算得到各组分的仪器检出限。线性相关系数和仪器检出限见表 2。

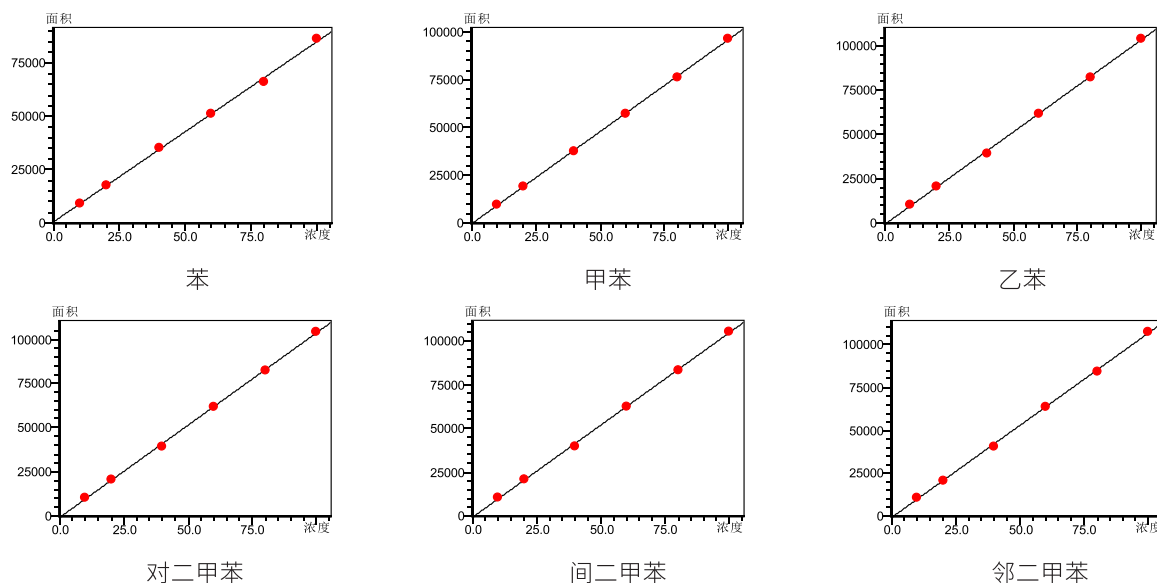


图 3 6 种苯系物标准曲线

表 2 6 种苯系物标准曲线信息及仪器检出限

No.	化合物名称	标准曲线	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)
1	苯	$Y = 845.413X + 535.246$	0.9991	0.36
2	甲苯	$Y = 964.662X - 420.790$	0.9999	0.28
3	乙苯	$Y = 1043.42X - 823.159$	0.9997	0.26
4	对二甲苯	$Y = 1044.57X - 846.180$	0.9997	0.25
5	间二甲苯	$Y = 1055.80X - 847.178$	0.9997	0.25
6	邻二甲苯	$Y = 1076.41X - 904.608$	0.9996	0.25

2.3 重复性测试

取浓度为 10 mg/L 的标准品连续 6 次进样，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	苯	9049	8982	8992	9011	9328	9388	2.0
2	甲苯	9806	9720	9567	9664	10012	10119	2.2
3	乙苯	10425	10360	10098	10250	10292	10621	1.7
4	对二甲苯	10402	10333	10092	10284	10268	10587	1.6
5	间二甲苯	10529	10475	10205	10455	10366	10743	1.7
6	邻二甲苯	10714	10676	10367	10627	10522	10902	1.7

2.4 样品加标回收率

平行取 0.2 g 空白固体胶样品 3 份，添加 6 种苯系物标准品，使样品中目标物浓度均为 500 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1 μ L 进样，考察方法的回收率。样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果

No.	化合物名称	测试值 1 (mg/kg)	测试值 2 (mg/kg)	测试值 2 (mg/kg)	平均回收率 (%)
1	苯	509.39	486.04	505.17	100.04
2	甲苯	523.54	497.42	526.57	103.17
3	乙苯	518.99	484.32	523.10	101.76
4	对二甲苯	519.26	485.16	526.21	102.04
5	间二甲苯	514.08	482.33	523.13	101.30
6	邻二甲苯	514.95	485.25	524.13	101.62

2.5 样品测试

分别称取约 0.1-0.5 g 的固体胶、修正带、修正液样品，按照上述前处理步骤处理，样品测定结果如下，其中一个样品的色谱图见图 4。

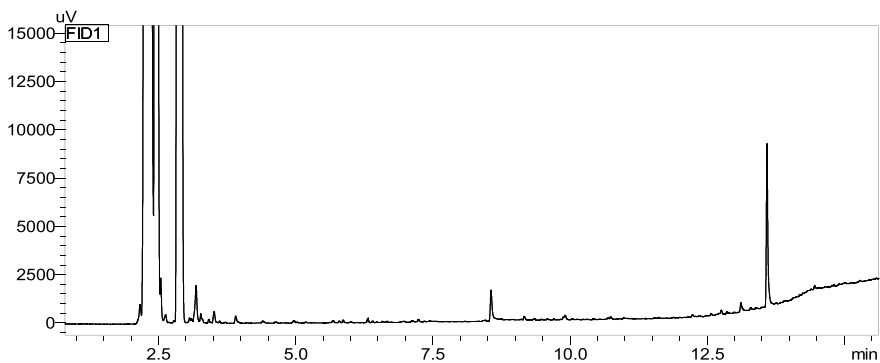


图 4 修正液样品色谱图

表 5 样品测定结果

No.	化合物名称	固体胶 (mg/kg)	修正带 (mg/kg)	修正液 (mg/kg)
1	苯	N.D.	N.D.	N.D.
2	甲苯	N.D.	N.D.	N.D.
3	乙苯	N.D.	N.D.	N.D.
4	对二甲苯	N.D.	N.D.	N.D.
5	间二甲苯	N.D.	N.D.	N.D.
6	邻二甲苯	N.D.	N.D.	N.D.

注：N.D. 为未检出

2.6 气相色谱质谱分析

6 种苯系物在气相色谱质谱法中的总离子流图如图 5 所示。在实际样品的测定中，如果遇到根据保留时间很难定性时，可用 GCMS 进行确证，使用谱库检索辅助进行定性判断。

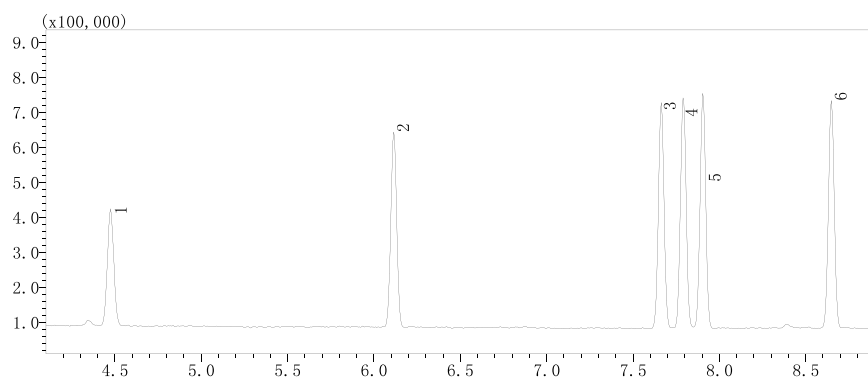


图5 6种苯系物标准溶液总离子流图 (浓度 20 mg/L)

■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了文具中 6 种苯系物的检测方法。在 10 ~100 mg/L 浓度范围内，各组分的线性良好，相关系数均在为 0.999 以上。取浓度为 10 mg/L 混合标准溶液，连续进样 6 针，峰面积 RSD 值均小于 2.2%，精密度良好。以空白固体胶样品进行加标试验，在加标浓度为 500 mg/kg 的加标水平下，平均回收率在 100~102% 之间。本方法简单方便，能够准确检测文具中 6 种苯系物的含量。

岛津应用云

