

# 顶空气质联用法检测粘贴剂中苯和甲苯的含量

GCMS-079

**摘要：**本实验采用外标法顶空进样，气相色谱质谱联用仪测定粘贴剂中苯和甲苯的含量，检测灵敏度高，苯及甲苯的最低检出限在0.364 ng/mL和0.031 ng/mL；方法重复性好，苯的峰面积RSD为4.28%，甲苯的峰面积RSD为5.26%；标准曲线线性良好，相关系数均大于0.999；样品中添加0.60 mg/kg苯的平均回收率为91.0%。

**关键词：**顶空 气相色谱质谱联用仪 粘贴剂 苯 甲苯

随着公众环保意识的提高，各种印刷包装材料的安全性越来越受到人们的关注。复合包装材料在印刷中因要使用大量的油墨、粘合剂、溶剂等，所以在包装和贮存过程中，一些有毒物质会迁移到产品中，危害人们的健康。

包装材料的粘贴剂多含有甲苯及其同系物等有毒性的有机溶剂，且用量较大，易残留在包装材料中。因此近年来，对包装材料中溶剂残留的控制越来越受到国内相关行业的高度重视。为此国家环境保护总局还颁布了相应的行业标准：《环境标志产品认证技术要求-粘合剂》(HBC 18-2003)。

本文参考上述行业标准，采用顶空进样，气相色谱质谱联用仪对水性粘贴剂中的苯和甲苯含量进行检测。结果表明，方法检测灵敏度高，完全满足粘贴剂中苯、甲苯含量测定的要求。

## 实验部分

### 1.1 仪器

DANI HSS86.50顶空进样器

岛津GCMS-QP2010 Ultra气质联用仪

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 DANI HSS86.50条件

传输管温度：100℃

进样系统温度：90℃

样品加热温度：80℃

样品加热时间：45 min

振荡速度：SOFT

加压时间：10 s

填充取样环时间：10 s

进样体积：1 mL

#### 1.2.2 GCMS-QP 2010 Ultra参数

进样口温度：150℃

进样方式：分流(分流比：30:1)

载气：He(纯度99.999%)

色谱柱：Rtx-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温：40℃(2 min) 8℃/min 150℃(5 min)

载气控制模式：恒线速度

线速率：36.1 cm/sec

离子源温度：200℃

色谱-质谱接口温度：200℃

溶剂切除时间：1.5 min

采集时间：2.0~8.5 min

采集方式：SIM模式；选择离子见表1：

表1 目标物的选择离子

化合物名称	检测离子(m/z)
苯	78, 77, 51
甲苯	91, 92, 65

### 1.3 样品前处理过程

参照HBC 18—2003标准，称取一定量样品于顶空瓶中，密封，顶空进样分析，外标法测定样品中苯和甲苯的含量。

## 结果与讨论

### 2.1 标准样品色谱图

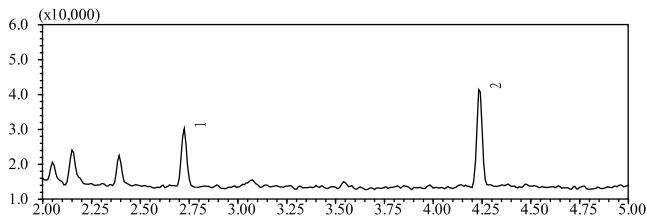


图1 苯和甲苯混合标准溶液TIC谱图(1=苯,2=甲苯)

### 2.2 标准曲线

将苯, 甲苯配制成一标准混合储备液, 依此标准储备液配制出系列浓度为0.006, 0.015, 0.06, 0.15, 0.30  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 混合标准溶液, 分别移取上述混合标准溶液1 mL封入顶空瓶(其含苯, 甲苯各0.006, 0.015, 0.06, 0.15, 0.30  $\mu\text{g}$ )。顶空进样, SIM方式采集, 得到苯和甲苯标准曲线如图2和图3所示。

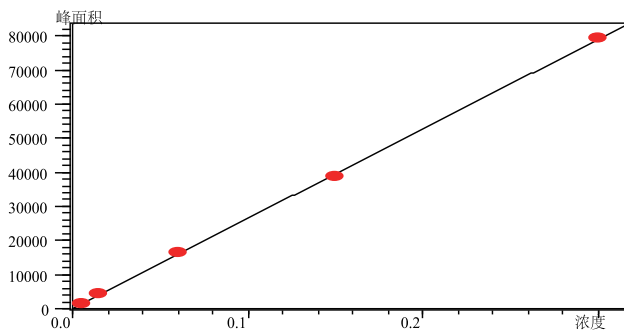


图2 苯标准曲线

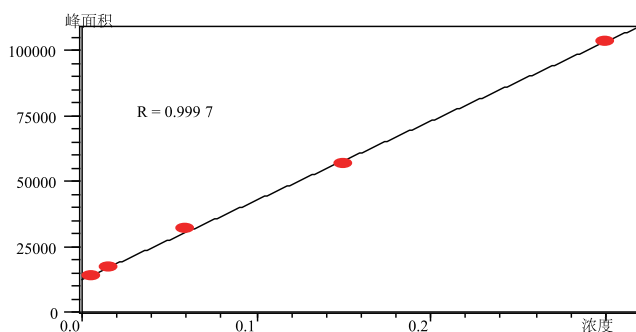


图3 甲苯标准曲线

### 2.3 仪器精密度测试

分别移取浓度为0.06  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的苯、甲苯混合标准溶液1 mL于5个顶空瓶中, 顶空进样, 平行测定5次, 考察仪器精密度。结果见表1和表2。

表1 苯重复性结果

No.	峰面积	保留时间(min)
1	16,465	2.723
2	15,606	2.724
3	16,582	2.724
4	16,793	2.724
5	17,589	2.725
平均值	16,607	2.724
RSD(%)	4.28	0.026

表2 甲苯重复性结果

No.	峰面积	保留时间(min)
1	26,296	4.238
2	24,508	4.238
3	26,413	4.238
4	26,727	4.239
5	28,425	4.240
平均值	26,474	4.239
RSD(%)	5.26	0.021

### 2.4 检出限与定量限

以 $S/N=3$ 计算最低检出限(LOD), 以信噪比 $S/N=10$ 计算定量限(LOQ), 结果见表3。

表3 检测限与定量限

组分	LOD(ng)	LOQ(ng)
苯	0.364	1.21
甲苯	0.031	0.10

### 2.5 回收率测试

分别称取3份粘贴剂样品各1.0 g, 加入20  $\mu\text{L}$ 浓度为30  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 苯、甲苯混合标准溶液, 密封, 按上述方法进行回收率测试。由于样品自身含有较高浓度的甲苯, 故以苯为目标物考察回收率。苯的回收率测试结果见表4。

表4 苯回收率测试结果

序号	添加量(mg/kg)	实测值(mg/kg)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	0.60	0.556	92.7	91.0
2	0.60	0.553	92.2	
3	0.60	0.528	88.0	

## 结论

本文采用顶空进样, 气相色谱质谱联用仪对水性粘合剂中苯和甲苯的含量进行测定。在0.006  $\mu\text{g}/\text{mL}$  ~ 0.30  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 含量范围内, 苯和甲苯曲线线性良好, 相关系数均大于0.999。苯的加标回收率在88% ~ 93%之间, 且重复性好。完全满足日常分析检测的要求, 是定性定量检测粘贴剂中苯和甲苯的有效手段。