

HS-GCMS 法测定食品级润滑油中五种苯系物的含量

GCMS-489

摘要：本文利用岛津 HS-20 NX 顶空进样器结合 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了食品级润滑油中五种苯系物含量的检测方法。5 种苯系物在 10~10000 ng/mL 浓度范围内，标准曲线线性良好，相关系数 R 均在 0.999 以上。取浓度为 100 ng/mL 的标准工作溶液，连续进样六次，5 种苯系物的峰面积 RSD 值均小于 5%。样品加标试验中，加标浓度为 1.0 $\mu\text{g/g}$ ，5 种苯系物回收率在 87.4%-97.4% 之间，完全满足日常检测的需求。该方法可为食品机械使用的食品级润滑油中 5 种苯系物含量的测定提供参考。

关键词：顶空进样 气相色谱质谱联用仪 食品级润滑油 五种苯系物

苯系物即芳香族有机化合物 (Monoaromatic Hydrocarbons)，为苯及衍生物的总称，是人类活动排放的常见污染物，完全意义上的苯系物绝对数量可高达千万种以上，但一般意义上的苯系物主要包括苯、甲苯、乙苯、二甲苯、三甲苯、苯乙烯、苯酚、苯胺、氯苯、硝基苯等，由于苯 (benzene)，甲苯 (toluene)、乙苯 (ethylbenzene)、二甲苯 (xylene) 四类为其中的代表性物质，因此也简称苯系物为 BTEX。苯系物可对人体的血液系统、神经系统、生殖系统造成较强的危害。

食品级润滑油主要由基础油和添加剂调配而成。

由于食品级润滑油主要用于食品工业，因此对润滑油的要求就非常严格，不仅要满足机械的润滑要求，而且不能污染产品，不可对食品安全造成影响。

本文参照 SN/T 5308-2021 《食品级润滑油中苯、甲苯、氯苯、对二甲苯和邻二甲苯的测定 顶空气相色谱 - 质谱联用法》，利用岛津 HS-20 NX 顶空进样器结合 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了食品级润滑油中 5 种苯系物含量的检测方法。该方法灵敏度高，重复性好，可为食品加工行业的苯系物测定及质量控制提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

顶空自动进样器：HS-20 NX

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

1.2.1 HS 条件

恒温炉温度：85 $^{\circ}\text{C}$

样品流路温度：95 $^{\circ}\text{C}$

传输线温度：105 $^{\circ}\text{C}$

样品瓶加压用气压：50 kPa

样品瓶恒温时间：30 min

样品瓶加压时间：1 min

进样时间：0.5 min

进样冲洗时间：1 min

1.2.2 GCMS 条件

色谱柱：SH-Rtx-Wax，30 m \times 0.32 mm \times 1.0 μm

柱温程序：50 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _120 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _220 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)

流量控制方式：线速度

线速度：50 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：30:1

采集模式：SIM 模式，离子信息详见表 1

离子化方式：EI

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：240 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

■ 样品前处理

称取待测试样 1.0 g 于 10 mL 容量瓶中，加入正己烷溶剂稀释至刻度，混匀备用。准确移取 50 μ L 样品稀释液置于顶空进样瓶中，经顶空 - 气质联用仪分析测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

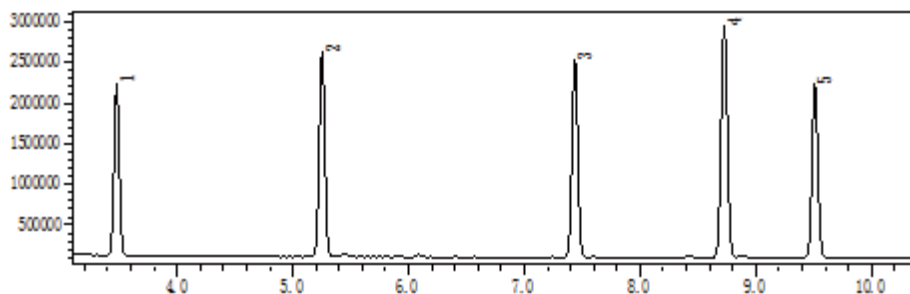
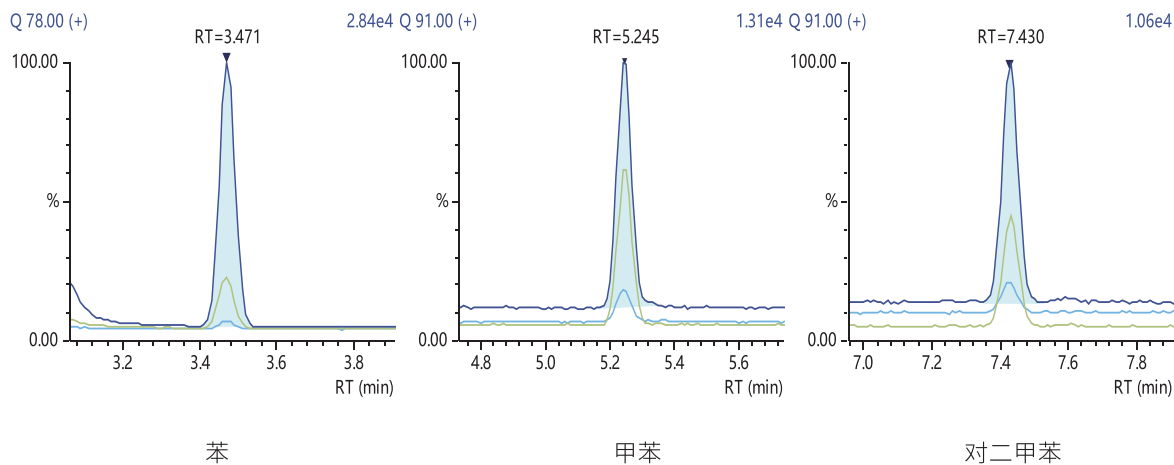


图 1 5 种苯系物标准溶液色谱图 (浓度 100 ng/mL)

表 1 目标组分信息表

No	中文名称	英文名称	CAS 号	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	苯	Benzene	71-43-2	78	52、63
2	甲苯	Toluene	108-88-3	91	65、78
3	对二甲苯	P-xylene	106-42-3	91	77、91
4	邻二甲苯	O-xylene	95-47-6	91	77、91
5	氯苯	Chlorobenzene	108-90-7	112	38、51



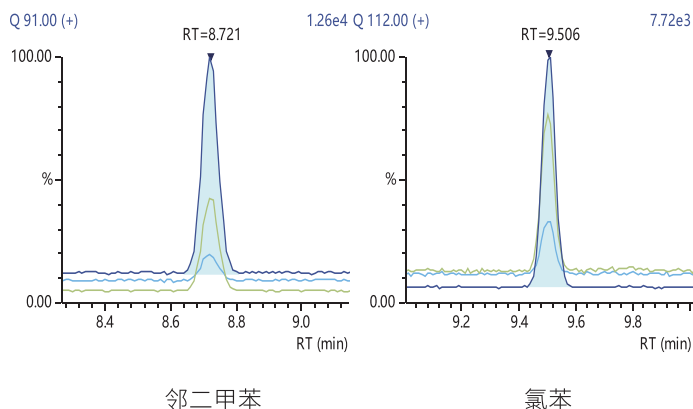


图 2 5 种苯系物标准品的质量色谱图 (浓度 50 ng/mL)

3.2 标准曲线及检出限

准确称取适量 5 种苯系物标准品, 用正己烷稀释, 配置成苯、甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、氯苯浓度均为 2000 mg/L 的标准储备液。然后分别准确移取适量体积的标准储备液, 用正己烷逐级稀释, 配制成 5 种苯系物的浓度分别为 10、50、100、500、1000、5000 和 10000 ng/mL 的混合标准工作溶液。再分别移取 50 μ L 上述混合标准工作溶液于 7 个顶空瓶中。经 HS-GCMS 测定, 以各个化合物浓度为横坐标, 定量离子峰面积为纵坐标制作标准曲线如图 3。以 3 倍信噪比计算各化合物的检出限。线性相关系数和检出限情况详见表 2。

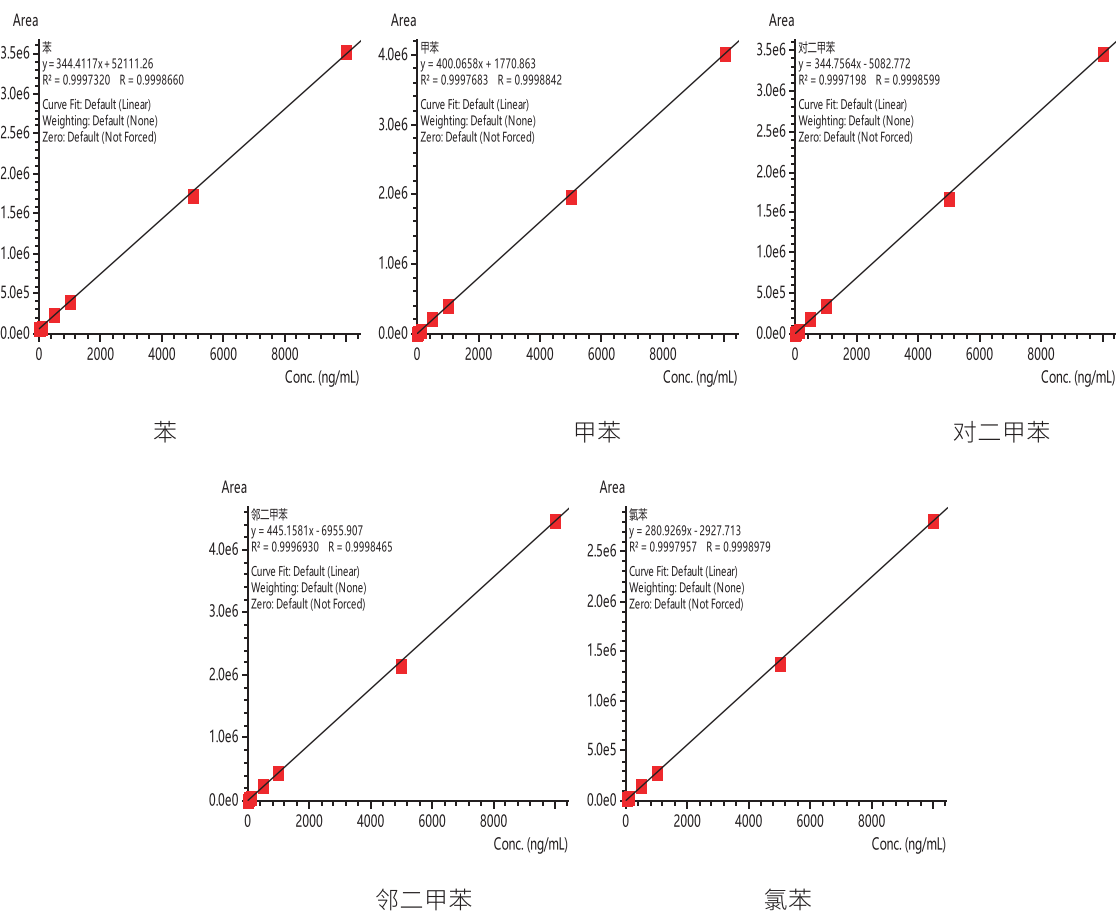


图 3 5 种苯系物的标准曲线

表 2 标准曲线信息、重复性结果以及检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD% (n=6)	检出限 (ng/mL)
1	苯	0.9999	1.5	3.0
2	甲苯	0.9999	2.6	2.0
3	对二甲苯	0.9999	1.3	2.5
4	邻二甲苯	0.9998	3.1	2.5
5	氯苯	0.9999	3.7	3.0

3.3 重复性测试

分别取 6 个 20 mL 顶空瓶中准确移取 100 ng/mL 的混合标准工作溶液 50 μ L，连续六次进样，经 HS-GCMS 分析，考察各化合物峰面积的重复性。结果详见表 2。

3.4 加标回收率测试

取空白食品级润滑油样品 1.0 g，加标浓度为 1.0 μ g/g，按照前处理步骤进行样品加标试验，并平行三份。样品加标回收率测定结果详见表 3。

表 3 回收率测定结果

No	化合物名称	测定值 1 (μ g/g)	测定值 2 (μ g/g)	测定值 3 (μ g/g)	平均回收率 (%)
1	苯	0.86	0.88	0.88	87.4
2	甲苯	0.98	0.97	0.94	96.4
3	对二甲苯	0.93	0.95	0.99	96.0
4	邻二甲苯	0.94	0.93	0.93	93.3
5	氯苯	0.99	0.98	0.95	97.4

注：N.D. 表示未检出

3.5 样品测试

取食品级润滑油样品 1.0 g 按照前处理步骤处理试样，经上机分析待测样品中未检出苯系物成分。样品谱图如图 4 所示。

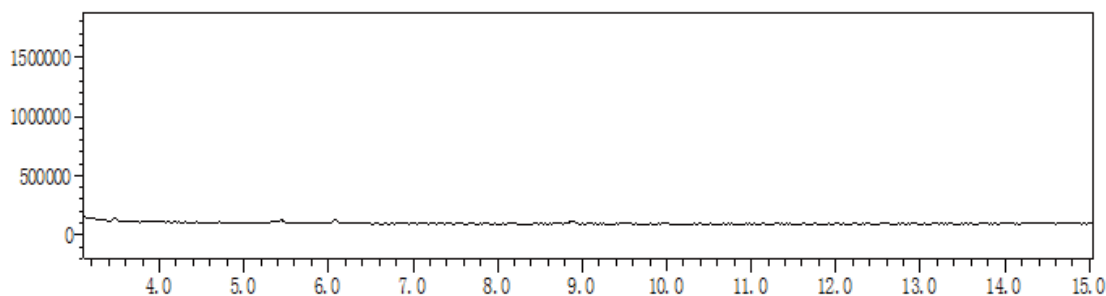


图 4 食品级润滑油样品色谱图

■ 结论

本文利用岛津 HS-20 NX 顶空进样器结合 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了食品级润滑油中五种苯系物含量的检测方法。5 种苯系物在 10~10000 ng/mL 浓度范围内，标准曲线线性良好，相关系数 R 均在 0.999 以上。取浓度为 100 ng/mL 的标准工作溶液，经顶空 - 气质联用仪分析测定，连续进样六次，5 种苯系物峰面积的 RSD 值在 1.3%-3.7% 之间。样品加标实验中，加标浓度为 1.0 $\mu\text{g/g}$ ，5 种苯系物回收率在 87.4%-97.4% 之间，满足日常检测的要求。因此该方法可为食品机械使用的食品级润滑油中 5 种苯系物含量的测定提供参考。

岛津应用云

