

GCMS 法测定鞋中苯乙酮含量

GCMS-519

摘要：本文参考《QB/T 4555-2013 鞋类 化学试验方法 苯乙酮的测定 气相色谱 - 质谱法》标准，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了鞋类样品中苯乙酮含量的检测方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，检出限低，测试重复性好，准确性高，可以满足鞋类和鞋类部件中苯乙酮含量的测定。

关键词：气质联用仪 鞋类 苯乙酮

技术特点：

- ❖ 使用超声波萃取器处理鞋类样品，可有效萃取出样品中的苯乙酮。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，有效地避免了干扰，提高了检测灵敏度。

近年来，随着现代化社会经济的快速发展，中国的制鞋业取得了显著的成绩。在鞋类材料的发展趋势中，EVA 材料由于制成的成品柔软性好、防震、防滑、抗压力性强等特点，成为了热门的制鞋原料，广泛应用于中高档旅游鞋、登山鞋、拖鞋、凉鞋的鞋底和内饰材料中。

苯乙酮是一种简单芳香酮，可用于配制香料、制作香皂和香烟，也用作纤维素酯和树脂等的溶剂和塑料工业生产中的增塑剂等。根据欧盟 67/548/EEC 危险物质的分类、包装、标示指令的相关规定，苯乙酮被定为有毒有害物质之一，吸入、摄入或经皮肤吸收后对身体有害，可引起喉、支气管炎、痉挛、肺水肿等。随着国际市场相关法规的更新，苯乙酮也被德国联邦风险评估

协会 (BfR) 列为有毒有害物质。欧盟非食品快速预警通报、国际知名品牌如 ADIDAS 和 DEICHANN 等，均对 EVA 材料中苯乙酮的挥发量作出规定，限量要求为 10 mg/kg。2007 年至今，我国出口的 EVA 儿童拖鞋曾多次因苯乙酮超标，被出口国海关扣押并没收，造成了严重的损失。为了防止因苯乙酮超标而引起不必要的损失，国内企业对于苯乙酮的检测高度重视，因此，建立相关的检测方法十分必要。

本文参考标准，使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，对鞋中的苯乙酮含量进行了测定。本方法操作简单，线性关系和重复性良好。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

1.2 分析条件

色 谱 柱：SH-Rxi-5Sil MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

柱 温 程 序：60 °C (3 min)_10 °C /min_250 °C (2 min)

进 样 口 温 度：250 °C

进 样 量：1 μL

流速控制方式：恒线速度方式

离 子 源 温 度：230 °C

线 速 度：36.5 cm/sec

色 谱 质 谱 接 口 温 度：250 °C

进 样 方 式：分流进样

检 测 器 电 压：调谐电压

分 流 比：10:1

采 集 模 式：SIM，具体化合物信息见表 1

■ 样品前处理

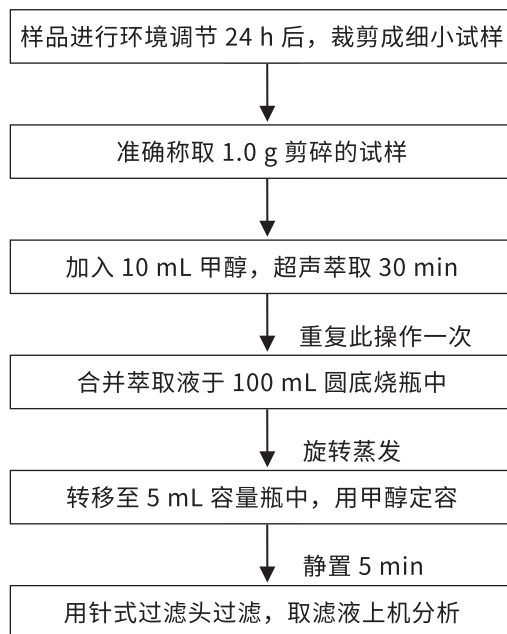


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 苯乙酮标准溶液谱图

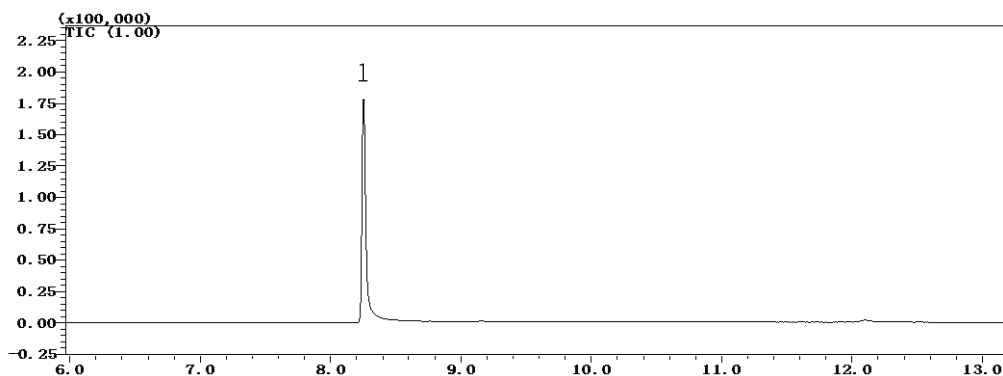


图 2 苯乙酮标准溶液色谱图 (50 µg/mL)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	苯乙酮	acetophenone	98-86-2	8.254	105	51、77、120

3.2 标准曲线及检出限

分别配制 2.0、5.0、10、20、50 µg/mL 的苯乙酮标准溶液浓度系列，取 1 µL 进样，SIM 方式采集，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，得到苯乙酮标准曲线如图 3 所示，质量色谱图如图 4 所示。取浓度为 2.0 µg/mL 的苯乙酮标准溶液，以 3 倍信噪比计算出苯乙酮的检出限，标准曲线的相关系数以及检出限结果见表 2。

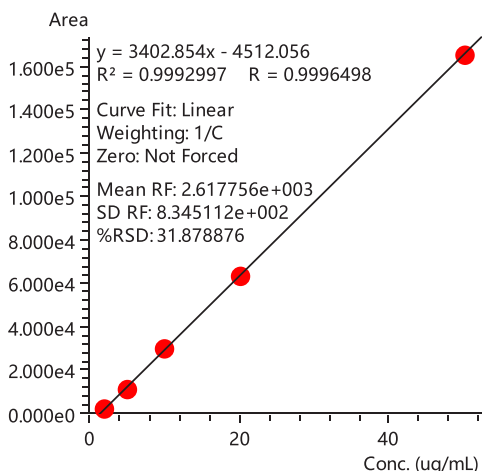


图3 标准曲线

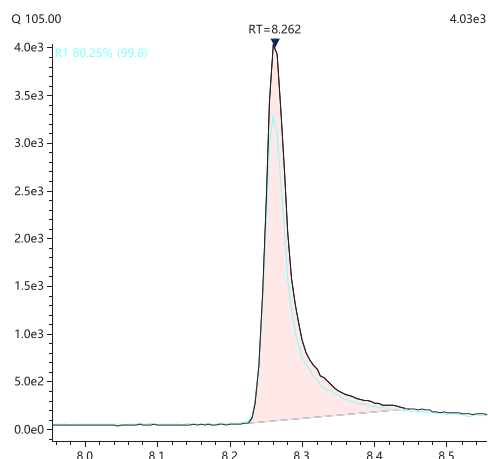


图4 质量色谱图 (5 $\mu\text{g/mL}$)

表2 苯乙酮标准曲线相关系数、回收率、检出限及重复性结果

No.	化合物名称	相关系数 (R)	回收率 (%)	检出限 (mg/L)	峰面积 RSD (%) (n=7)
1	苯乙酮	0.9996	97.21	0.05	2.03

3.3 精密度测试

取 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的苯乙酮标准溶液，连续进样 7 次，考察仪器的精密度，苯乙酮峰面积 RSD% 结果见表 2。

3.4 加标回收实验

取 1.0 g 市售 EVA 材质鞋空白样品，加入适量的苯乙酮标准溶液，添加浓度为 10 mg/kg，按上述前处理步骤进行处理并测定，回收率结果见表 2 所示。

3.5 样品测试

按照上述方法对某市售鞋样品进行处理，取 1 μL 经 GCMS 分析，得到该样品色谱图如图 5 所示。该样品中检出苯乙酮含量为 8.3 mg/kg。

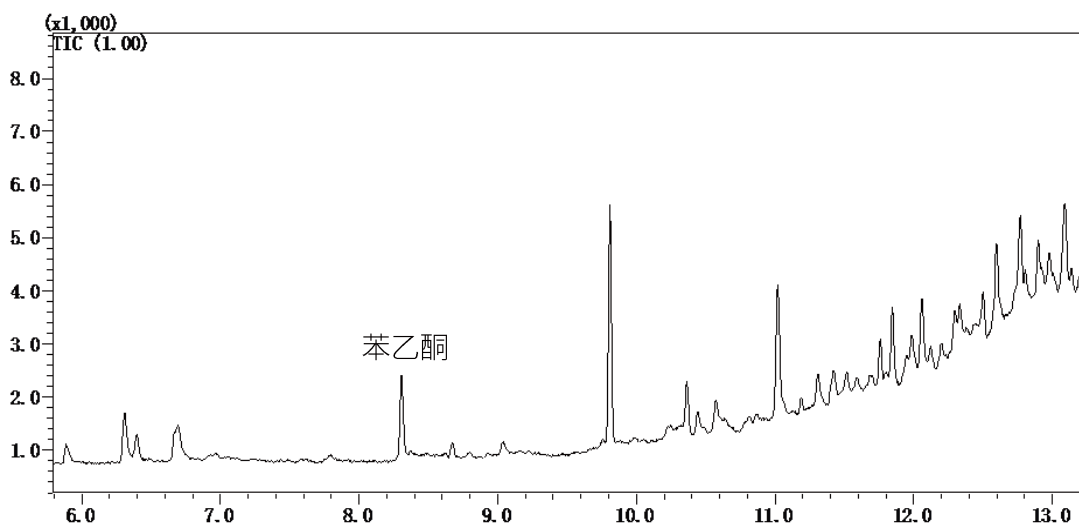


图5 某市售鞋样品色谱图

■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了鞋中苯乙酮含量的检测方法。在 2.0~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，苯乙酮标准曲线线性良好，线性相关系数为 0.9996。取 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的苯乙酮标准溶液连续进样 7 次，苯乙酮峰面积重复性为 2.03%。加标回收实验中，回收率为 97.21%。该方法前处理简单快捷，测试准确度高，回收率高，满足鞋类和鞋类部件中苯乙酮含量的测定要求。

岛津应用云

