

岛津 Off-Flavor 异味分析系统快速筛查 儿童文具中的气味物质

GCMSMS-174

摘要： 本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合 Off-flavor 异味分析数据库建立了 150 种异味物质分析的方法，并用该方法对儿童文具中气味物质进行测定。该方法操作简便，分析速度快，适合儿童文具中气味物质的快速筛查。

关键词： Off-Flavor 异味分析系统 儿童文具 气味物质

文具是孩子不可缺少的学习用品，很多常见的文具中都含有各种有毒化学物质，特别是一些无厂家标志的香味文具，大都是使用工业原料调和出来的，这类香味文具中大多含有甲醛、苯、二甲苯等有毒化学物质，容易挥发，会对空气造成污染，长期使用容易引发头痛、恶心、眼鼻喉发炎等症状，会对肝脏、肾脏以及免疫系统产生破坏，严重的可能引发白血病，对未成年人身体健康极为不利。虽然我国从 2008 年 4 月起就开始实施《学生用品的安全通用要求》，有了几乎涵盖所有文具用品的安全技术标准，但仍未对乙

苯等有毒气味物质指标做出强制性要求，那么对于那些没有明确的有毒气味物质，更无法监管到位。因此，建立一种快速的监测儿童文具中气味物质的方法，有利于规范儿童文具市场，保证儿童文具的安全。

本文利用异味分析系统，无需复杂设置，无需异味物质标准品，即可轻松创建 150 种异味物质定性半定量的方法，可对儿童文具中的气味物质进行快速的筛查。

■ 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器：GCMS-TQ8040

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：SPME FIB-C-WR-95/10, Carbon WR

老化温度：270°C

老化时间（萃取前）：0 min

平衡温度：80°C

平衡时间：5 min

萃取时间：30 min

进样口温度：250°C

解吸时间：2 min

老化时间（萃取后）：5 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap Pure-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：50°C (5 min) _10°C /min_250°C (10 min)

载气压力：83.5 kPa

进样方式：分流进样

分流比：5:1

离子源温度：200°C

接口温度：250°C

检测器电压：调谐电压 +0.3 kv

采集方式：MRM

■ 样品前处理

称取 1.0 g 儿童文具样品，置于顶空瓶中密封，采用 AOC-6000 固相微萃取（SPME）装置按照 1.2 方法进行在线样品前处理，用 GCMS-TQ8040 进行检测。

结果讨论

3.1 异味分析方法建立流程

采用异味分析方法包中的 TQ_MS_Wax_AART 方法采集 C9~C30 正构烷烃标品，用于计算异味物质的保留时间。使用 TQ_MS_Wax_Correct_MRM 方法测定 4- 溴氟苯、1,2- 二氯苯 -d4、萘 -d10 等 3 个校正内标，校正内标标品色谱图见图 1。

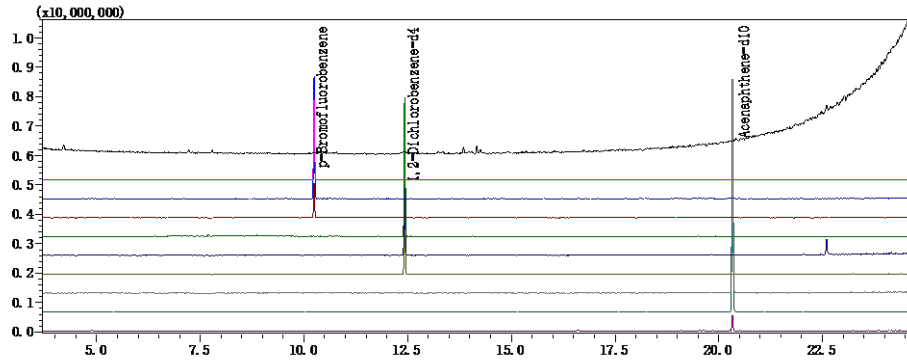


图 1 校正内标标品色谱图

利用以上所得数据及 Off-flavor 异味分析数据库自动创建 150 种异味物质的定性半定量方法。Off-flavor 异味分析数据库创建方法界面和方法创建完成界面见图 2、图 3。

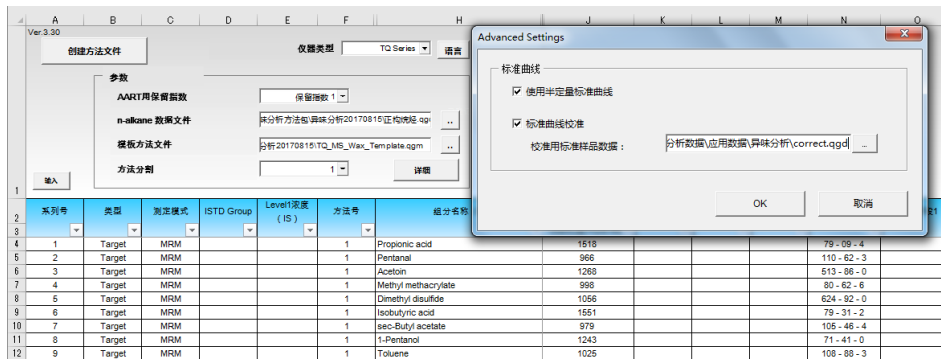


图 2 Off-flavor 异味分析数据库方法创建界面

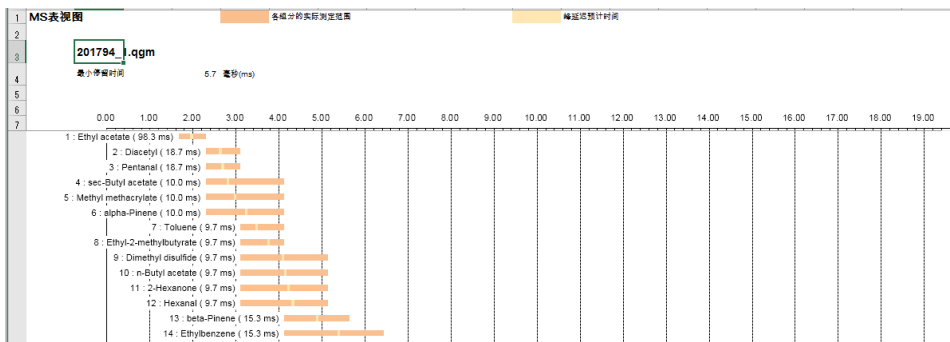


图 3 Off-flavor 异味分析数据库方法创建完成界面

3.2 异味样品筛查结果

采用创建的 150 种异味物质分析方法对 5 种儿童文具样品进行检测，测试结果如表 1-5 所示。

3.2.1 圆珠笔笔芯样品测试结果

称取 1.0 g 圆珠笔笔芯样品，置于顶空瓶中压盖，按照 1.2 方法进行处理并测试，得到圆珠笔笔芯样品的测试结果。

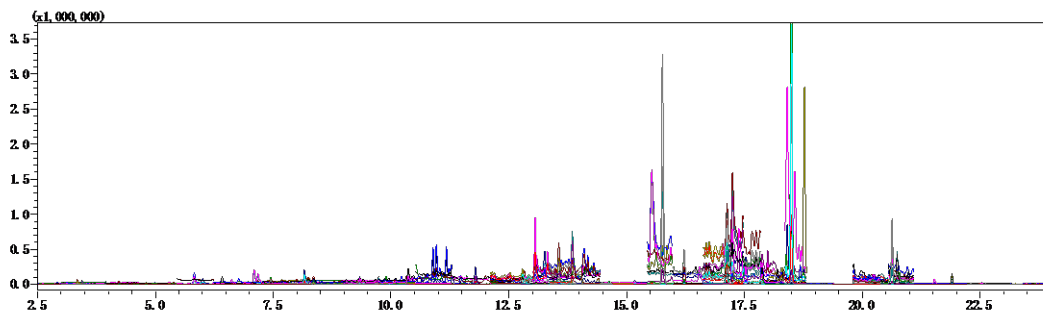


图 4 圆珠笔笔芯样品色谱图

表 1 圆珠笔笔芯样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	保留时间 (min)	估算浓度	阈值	气味特征
4	n-Dodecanal	十二醛	112 - 54 - 9	15.536	39.254	10	脂肪香气
5	2-Methylnaphthalene	2- 甲基萘	91 - 57 - 6	17.118	5.250	1	甜味, 腐臭味
6	1-Dodecanol	十二醇	112 - 53 - 8	18.501	376.841	1	蜡脂香气

3.2.2 橡皮擦样品测试结果

称取 1.0 g 橡皮擦样品，置于顶空瓶中压盖，按照 1.2 方法进行处理并测试，得到橡皮擦样品的测试结果。

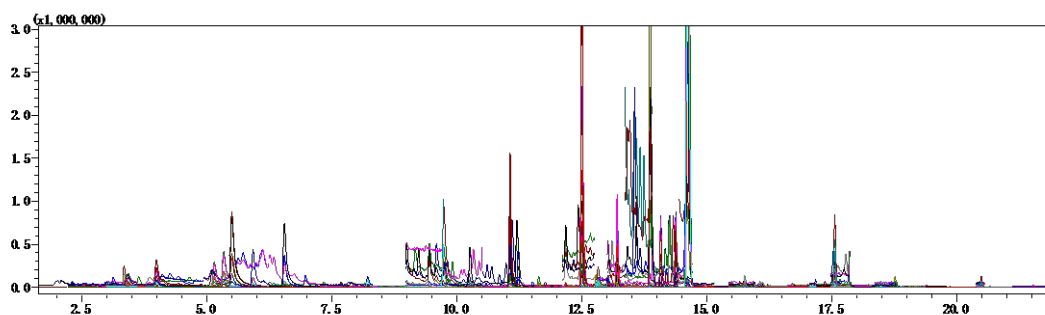


图 5 橡皮擦样品色谱图

表 2 橡皮擦样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	保留时间 (min)	估算浓度	阈值	气味特征
1	3-Heptanone	3- 庚酮	106 - 35 - 4	5.912	12.781	1000	醚味
2	trans-2-Heptenal	(E)-2- 庚烯醛	18829 - 55 - 5	9.590	3.225	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香
3	alpha-Methylstyrene	2- 苯基 -1- 丙烯	98 - 83 - 9	9.785	18.639	10	汽油味, 香油味
4	Butyl cellosolve	乙二醇单丁醚	111 - 76 - 2	11.031	50.994	100	甜味, 醚味
5	Guaiacol	愈创木酚	90 - 05 - 1	17.198	0.542	1	甜味, 药味, 烟味

3.2.3 修正液样品测试结果

称取 1.0 g 修正液样品，置于顶空瓶中压盖，按照 1.2 方法进行处理并测试，得到修正液样品的测试结果。

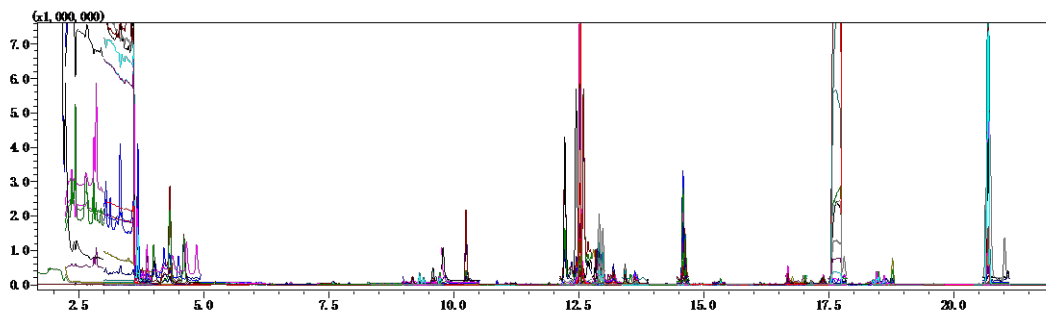


图 6 修正液样品色谱图

表 3 修正液样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	保留时间 (min)	估算浓度	阈值	气味特征
1	Hexanal	正己醛	66 - 25 - 1	4.156	75.682	1	青草气及苹果香味
2	2-Heptanone	2-庚酮	110 - 43 - 0	6.610	3.513	10	皂香
3	2-Ethyl-1-hexanol	2-乙基己醇	104 - 76 - 7	12.456	201.537	1000	青香, 玫瑰花香
4	n-Decanal	癸醛	112 - 31 - 2	12.642	92.594	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
5	Verbenol	马鞭烯醇	473 - 67 - 6	14.786	7.722	10	甜味, 薄荷味
6	trans,trans-2,4-Nonadienal	(E,E)-2,4-壬二烯醛	5910 - 87 - 2	15.358	3.934	10	青香, 蜡脂香
7	Borneol	2-茨醇	507 - 70 - 0	15.371	0.610	1	土味, 发霉味
8	n-Dodecanal	十二醛	112 - 54 - 9	15.501	4.864	10	脂肪香气
9	1-Dodecanol	十二醇	112 - 53 - 8	18.474	34.714	1	蜡脂香气
10	m-Cresol	间甲基苯酚	108 - 39 - 4	19.675	0.570	0.1	塑料, 粪便气味
11	Caprolactam	己内酰胺	105 - 60 - 2	20.659	179.083	1000	杏仁味, 焦糖味

3.2.4 水粉画原料样品测试结果

称取 1.0 g 水粉画原料样品，置于顶空瓶中压盖，按照 1.2 方法进行处理并测试，得到水粉画原料样品的测试结果：

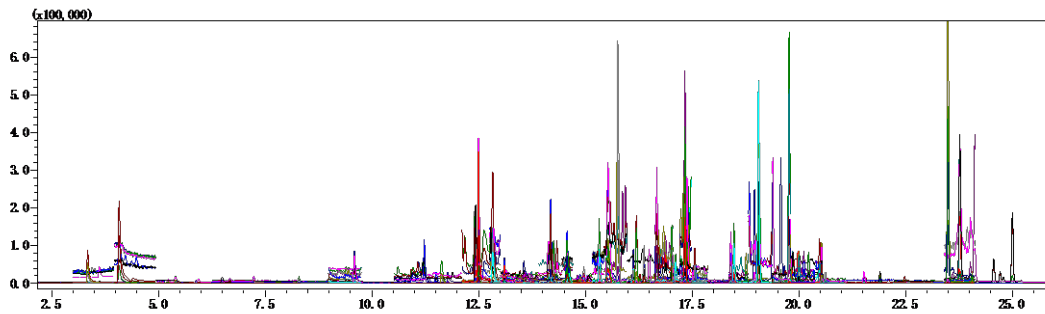


图 7 水粉画原料样品色谱图

表 4 水粉画原料样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	保留时间 (min)	估算浓度	阈值	气味特征
1	Hexanal	正己醛	66 - 25 - 1	4.156	21.864	1	青草气及苹果香味
2	trans-2-Heptenal	(E)-2-庚烯醛	18829 - 55 - 5	9.590	50.593	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香
3	2-Nonenal	反式 -2-壬醛	18829 - 56 - 6	13.133	5.743	1	纸味
4	trans-2-Decenal	反式 -2-癸烯醛	3913 - 81 - 3	14.642	1.540	1	橙子香味
5	Salicylaldehyde	2-羟基苯甲醛	90 - 02 - 8	15.007	1.515	1	草药味, 烤面包味
6	n-Dodecanal	十二醛	112 - 54 - 9	15.501	73.178	10	脂肪香气
7	2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	91 - 57 - 6	17.163	1.145	1	甜味, 腐臭味
8	p-Ethylguaiacol	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785 - 89 - 9	19.096	0.103	0.1	呈香辛料和丁香油香气

3.2.5 荧光笔笔芯样品测试结果

称取 1.0 g 荧光笔笔芯样品, 置于顶空瓶中压盖, 按照 1.2 方法进行处理并测试, 得到荧光笔笔芯样品的测试结果:

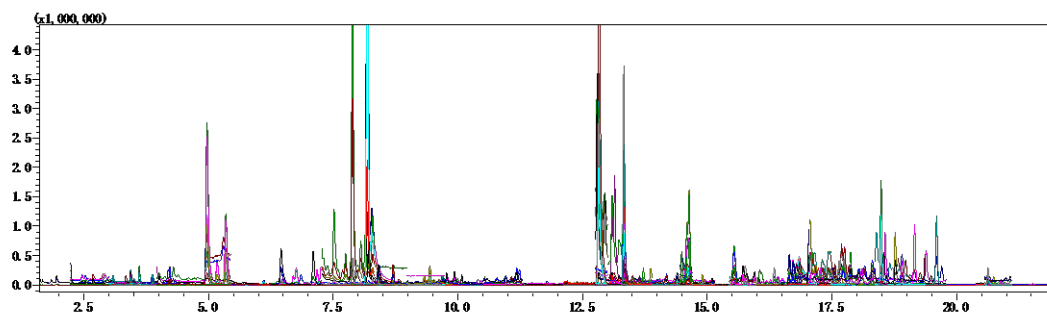


图 8 荧光笔笔芯样品色谱图

表 5 荧光笔笔芯样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	保留时间 (min)	估算浓度	阈值	气味特征
1	Ethyl-2-methylbutyrate	2-甲基丁酸乙酯	7452 - 79 - 1	3.618	5.917	1	苹果香气
2	Benzaldehyde	苯甲醛	100 - 52 - 7	12.852	66.647	1000	杏仁味, 焦糖味
3	Linalool	芳樟醇	78 - 70 - 6	13.288	75.119	10	花香, 薰衣草香
4	Phenylacetaldehyde	苯乙醛	122 - 78 - 1	14.538	5.440	10	甜味, 蜂蜜味,
5	2-Methyl butyric acid	2-甲基丁酸	116 - 53 - 0	14.906	13.979	10	奶酪味, 汗气味
6	n-Dodecanal	十二醛	112 - 54 - 9	15.501	137.628	10	脂肪香气
7	Dibutylhydroxytoluene	抗氧化剂 264	128 - 37 - 0	17.879	4.002	10	苯酚气味
8	1-Dodecanol	十二醇	112 - 53 - 8	18.474	111.453	1	蜡脂香气

■ 结论

本文使用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪结合 Off-flavor 异味分析数据库对常用儿童文具中气味物质进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据，利用 Off-flavor 异味分析数据库自动创建 150 种气味物质的检测方法，无需气味物质标准品，即可对儿童文具中气味物质进行定性半定量。结果表明，岛津 GCMS-TQ8040 和 Off-flavor 异味分析数据库操作简便，可用于儿童文具中气味物质的快速筛查。