

# GCMS 法测定涂料中卡拉花醛的含量

## GCMS-523

**摘要:** 本文建立了气相色谱-质谱联用法测定涂料中卡拉花醛的分析方法。在 0.2~2.0 mg/L 范围内建立标准曲线，卡拉花醛相关系数为 0.9997，线性关系良好。取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，卡拉花醛同分异构体峰面积 RSD 均小于 5.0%，重复性良好。对涂料样品进行 2.5 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 85.7%。该方法简单快捷，能够准确分析涂料中卡拉花醛的含量。

**关键词:** 气相色谱 - 质谱联用法 涂料 卡拉花醛

### 技术特点:

- ❖ 对方法进行优化，峰形改善，各异构体检测灵敏度高。
- ❖ 采用组校准计算功能，可方便、准确定量卡拉花醛的总含量。

卡拉花醛是一种缩醛类高档香料，具有强烈干燥、透发性的木质琥珀香气及出色的留香能力，常作为香精添加于日用化学产品等与生活息息相关的消费品中。然而，研究发现卡拉花醛及其同分异构体是高持久性、高生物蓄积性物质 (vPvB)，欧洲化学品管理局 (ECHA) 已于 2015 年将其列入第 13 批高度关注物质 (SVHC) 清单中，也被同时列入欧盟 REACH 法规附件 XVII 限制条款中。根据 REACH 法规的要求，在欧盟销售或使

用的产品涉及 SVHC 时必须满足相关法规的限量要求，否则不得进入欧盟市场。

本文参照 T/GITU 010—2021 《涂料中卡拉花醛同分异构体总含量的测定 气相色谱-质谱联用法》标准，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了涂料中卡拉花醛含量的测定方法，该方法操作简单，能够准确分析涂料中卡拉花醛的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 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：	50°C (3 min)_20°C /min_150°C _10°C /min_200°C (5 min)_30°C /min_290°C (2 min)		
进样口温度：	250°C	载气控制模式：	恒线速度 (36.3 cm/sec)
进样方式：	分流进样	离子源温度：	200°C
分流比：	10:1	色谱质谱接口温度：	280°C
进样量：	1 μL	检测器电压：	调谐电压 +0.3 kV
离子化方式：	EI	采集模式：	SIM, 选择离子信息见表 1

## ■ 样品前处理

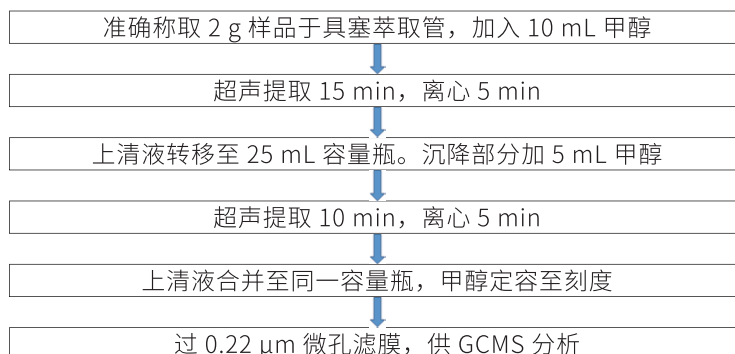


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液谱图

卡拉花醛标准品色谱图如图 2 所示，卡拉花醛同分异构体具体信息见表 1。

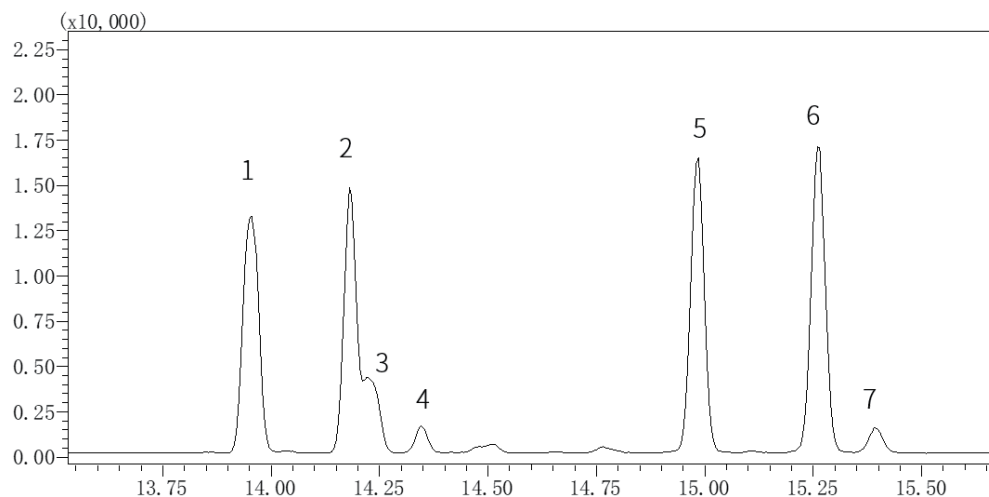
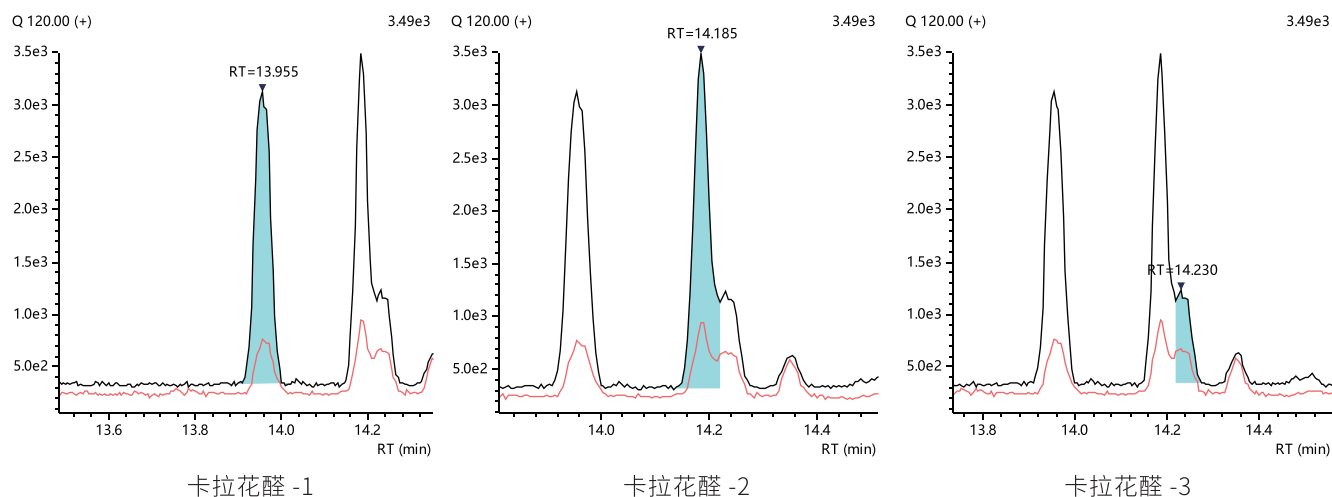


图 2 卡拉花醛标准品色谱图 (1.0 mg/L)

表 1 卡拉花醛同分异构体信息

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	卡拉花醛 -1			13.953	120	107, 157
2	卡拉花醛 -2			14.182	120	107, 157
3	卡拉花醛 -3			14.221	120	107, 157
4	卡拉花醛 -4	Karanal	117933-89-8	14.345	120	107, 157
5	卡拉花醛 -5			14.983	120	107, 157
6	卡拉花醛 -6			15.262	120	107, 157
7	卡拉花醛 -7			15.392	120	107, 157



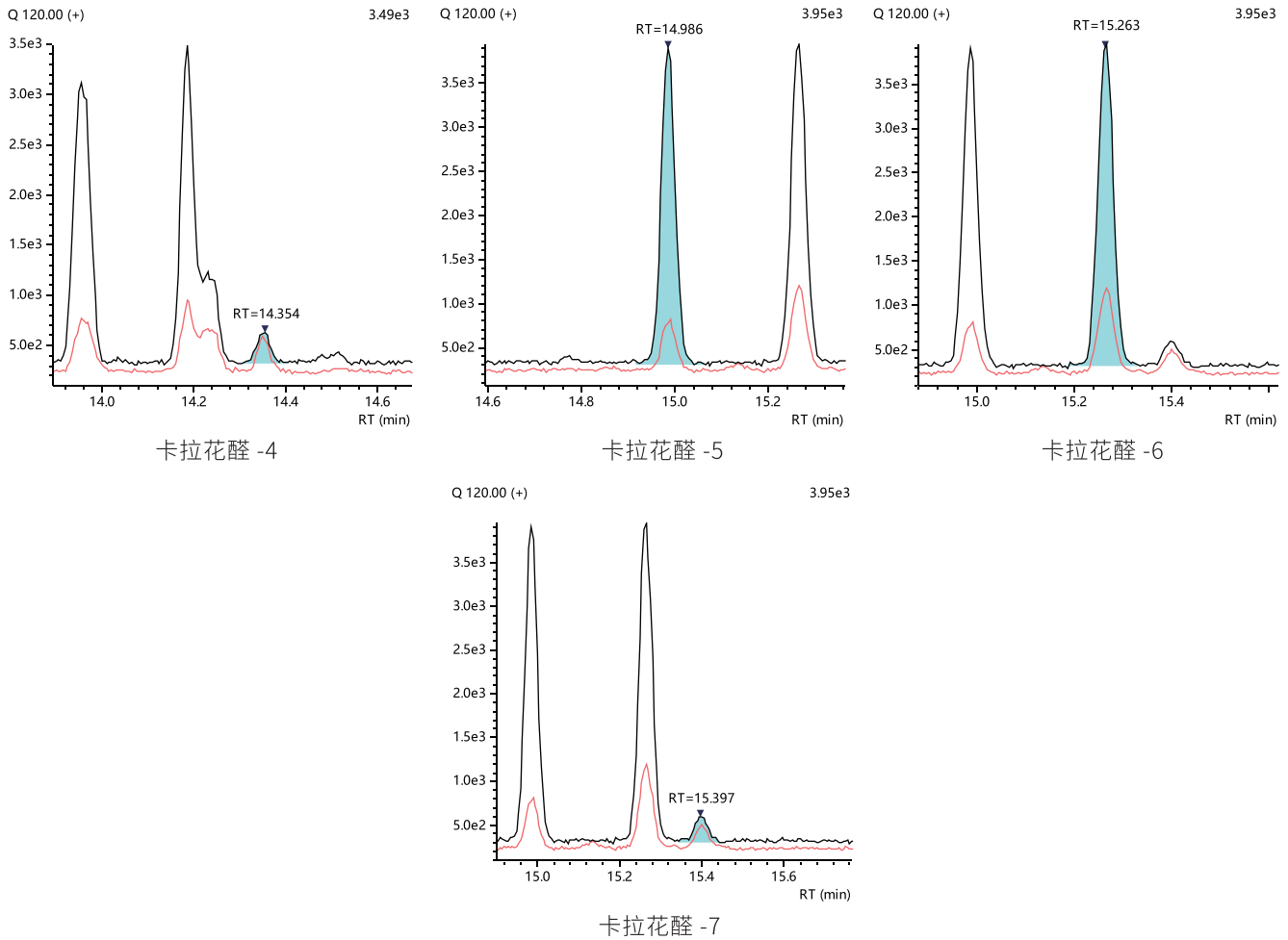


图3 卡拉花醛同分异构体质量色谱图 (0.2 mg/L)

### 3.2 标准曲线和检出限

使用甲醇配制标准系列溶液，卡拉花醛浓度分别为 0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 mg/L。以浓度为横坐标，卡拉花醛各同分异构体峰面积之和为纵坐标做标准曲线，标准曲线如图 4 所示。根据 0.2 mg/L 标准品数据，以 3 倍信噪比（峰至峰）计算卡拉花醛的仪器检出限，计算结果见表 2。

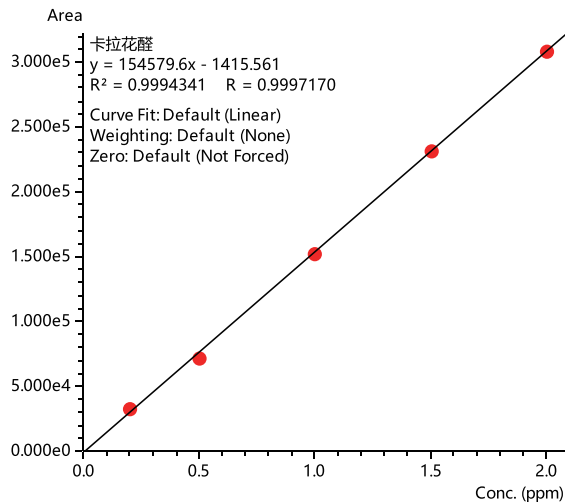


图4 卡拉花醛标准曲线

表 2 卡拉花醛标准曲线信息及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	信噪比 (S/N)	检出限 (mg/L)
1	卡拉花醛 -1	0.9997	77.86	0.0017
2	卡拉花醛 -2		83.53	0.0015
3	卡拉花醛 -3		24.18	0.0014
4	卡拉花醛 -4		8.13	0.0015
5	卡拉花醛 -5		90.42	0.0016
6	卡拉花醛 -6		90.30	0.0016
7	卡拉花醛 -7		8.27	0.0013

注：根据卡拉花醛各同分异构体峰面积比例，计算各异构体的具体浓度。再依据信噪比结果计算各异构体检出限。

### 3.3 重复性测试

取浓度为 0.2 mg/L 的卡拉花醛标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	卡拉花醛 -1	6956	6668	6512	6619	6233	6443	3.69
2	卡拉花醛 -2	6253	5961	5855	5997	6092	5977	2.26
3	卡拉花醛 -3	1481	1581	1591	1543	1463	1477	3.70
4	卡拉花醛 -4	635	604	649	590	638	594	4.09
5	卡拉花醛 -5	7551	7167	6883	7037	6795	6715	4.35
6	卡拉花醛 -6	8013	7569	7353	7479	7383	7210	3.71
7	卡拉花醛 -7	544	569	538	552	553	595	3.71

### 3.4 加标回收率

平行取 2.0 g 的涂料样品 3 份，添加卡拉花醛标准品，使卡拉花醛加标浓度为 2.5 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1  $\mu$ L 进样，考察方法的回收率。样品加标回收结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果

No.	化合物名称	样品测定值 (mg/kg)	加标测定值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	卡拉花醛	0.20	2.34	2.34	2.35	85.7

### 3.5 样品测定

分别取 2 个涂料样品，按照上述前处理步骤处理，样品测定结果如下，其中黄色内墙涂料的色谱图见图 5。

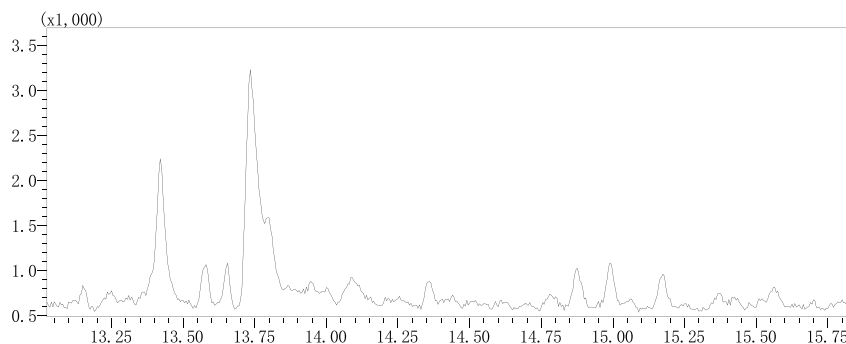


图 5 黄色内墙涂料色谱图

表 5 样品测定结果 (mg/kg)

No.	样品名称	卡拉花醛含量
1	白色内墙涂料	N.D.
2	黄色内墙涂料	0.20

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文参照 T/GITU 010—2021《涂料中卡拉花醛同分异构体总含量的测定 气相色谱 - 质谱联用法》标准，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了涂料中卡拉花醛的测定方法。在 0.2~2.0 mg/L 范围内，卡拉花醛相关系数为 0.9997，线性良好。取浓度为 0.2 mg/L 的卡拉花醛标准溶液，连续 6 次进样，卡拉花醛各同分异构体峰面积 RSD 均小于 5.0%，重复性良好。对涂料样品进行 2.5 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 85.7%。该方法操作简单方便，准确可靠，能够用于涂料中卡拉花醛的含量测定。

岛津应用云

