

# 气相色谱法测定车辆涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量

GC-167

**摘要：**本文建立了气相色谱法测定车辆涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的分析方法。涂料样品经稀释后，用气相色谱仪进行定性定量分析。苯、甲苯、乙苯和二甲苯在 10 ~ 500  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内线性良好，标准曲线的相关系数为 0.995 以上；对 50、100 和 200  $\mu\text{g/mL}$  水平的标准溶液重复进样 6 针，各组分的保留时间、峰面积与内标峰面积比的相对标准偏差均小于 0.01% 和 5.0%，重复性良好；平行处理 6 份加标浓度为 2 mg/g 的样品，各组分加标回收率在 99.00% ~ 108.65% 之间，加标回收的相对标准偏差在 2.48% ~ 3.36% 之间，回收及精密度良好。该方法操作简捷，为车辆涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的分析提供很好的参考。

**关键词：**气相色谱法 苯系物 车辆涂料

车辆涂料是指涂装在轿车、吉普车、大客车、大卡车等各种类型的汽车车身及零部件上的涂料，有时也包括一些农机产品如拖拉机、联合收割机和摩托车用涂料，一般系指制造新汽车用的涂料及辅助材料和车辆修补用涂料。涂料在生产过程中会用苯系物作为溶剂，所以车辆涂料成为车内苯系物的主要来源。

国际卫生组织已经把苯定为强烈致癌物质，苯可以引起白血病和再生障碍性贫血也被医学界公认。人在短时间内吸入高浓度的甲苯或二甲苯，会出现中枢神经麻醉的症状，轻者头晕、恶心、胸闷、乏力，严

重的会出现昏迷甚至因呼吸循环衰竭而死亡。

2020 年 3 月，新版《GB 24409-2020 车辆涂料中有害物质限量》标准发布，代替《GB 24409-2009 汽车涂料中有害物质限量》，新标准更新了多种有害物质的限量要求，本次修订将溶剂型涂料中的甲苯、乙苯和二甲苯总量指标由  $\leq 40\%$  降为  $\leq 30\%$ ，非水性辐射固化涂料不高于 1%；苯含量指标维持  $\leq 0.3\%$  不变。

本文依据标准 GB/T 23990-2009 建立了车辆涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的分析方法，该方法简便、快速，能够有效的监控车辆涂料中苯系物的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪 GC-2010 Pro

### 1.2 分析条件

气相色谱条件：

色谱柱：Rtx-624, 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.8  $\mu\text{m}$

进样口温度：200  $^{\circ}\text{C}$

载气流速：2 mL/min

升温程序：50 $^{\circ}\text{C}$  (4 min)  $\rightarrow$  20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$   $\rightarrow$  20 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

分流比：20:1

流量控制方式：恒线速度

FID 温度：230 $^{\circ}\text{C}$

氢气流量：40.0 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30.0 mL/min

### 1.3 标准溶液的配制

取高纯试剂苯、甲苯、乙苯、二甲苯、叔丁基甲醚，以甲醇作为稀释溶剂，以叔丁基甲醚为内标，依次配制成 10、50、100、200、500  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的系列浓度，内标叔丁基甲醚均为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，各取 1 mL 于 1.5 mL 进样瓶中，上机分析。

### 1.4 样品前处理方法

精密称取样品约 1 g（精确到 0.001 g）至 10 ml 的容量瓶中，加入 100  $\mu\text{L}$  10000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的叔丁基甲醚内标溶液，用甲醇定容，涡旋震荡使其均匀，使用 0.45  $\mu\text{m}$  有机系滤膜过滤，上机分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品色谱图

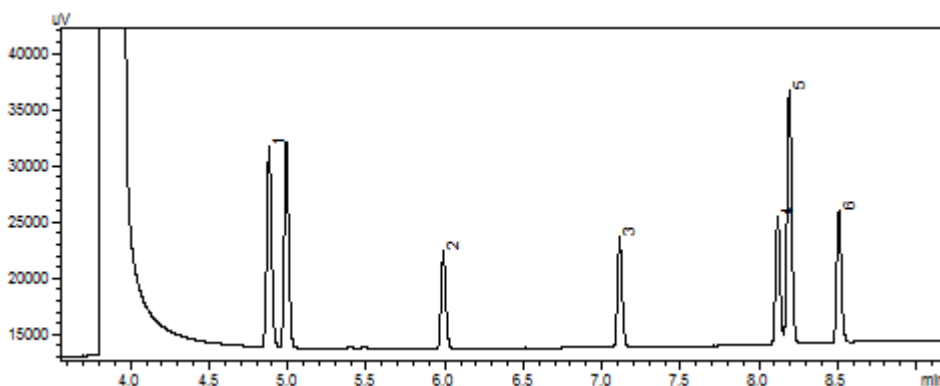


图 1 苯、甲苯、乙苯和二甲苯标准品色谱图 (100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

表 1 化合物的中英文名称、CAS 号和保留时间

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	叔丁基甲醚	methyl tertbutyl ether	34.00	0.00
2	苯	benzene	71 - 43 - 2	5.99
3	甲苯	toluene	108 - 88 - 3	7.113
4	乙苯	ethylbenzene	100 - 41 - 4	8.119
5	对 - 二甲苯	p-xylene	106 - 42 - 3	8.192
	间 - 二甲苯	m-xylene	108 - 38 - 3	8.192
6	邻 - 二甲苯	o-xylene	95 - 47 - 6	8.508

### 2.2 标准曲线

按照 1.3 配制各浓度标准溶液，以各浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标，绘制内标标准曲线，各组分标准曲线结果如下图 2 所示，线性方程及相关系数见表 1。

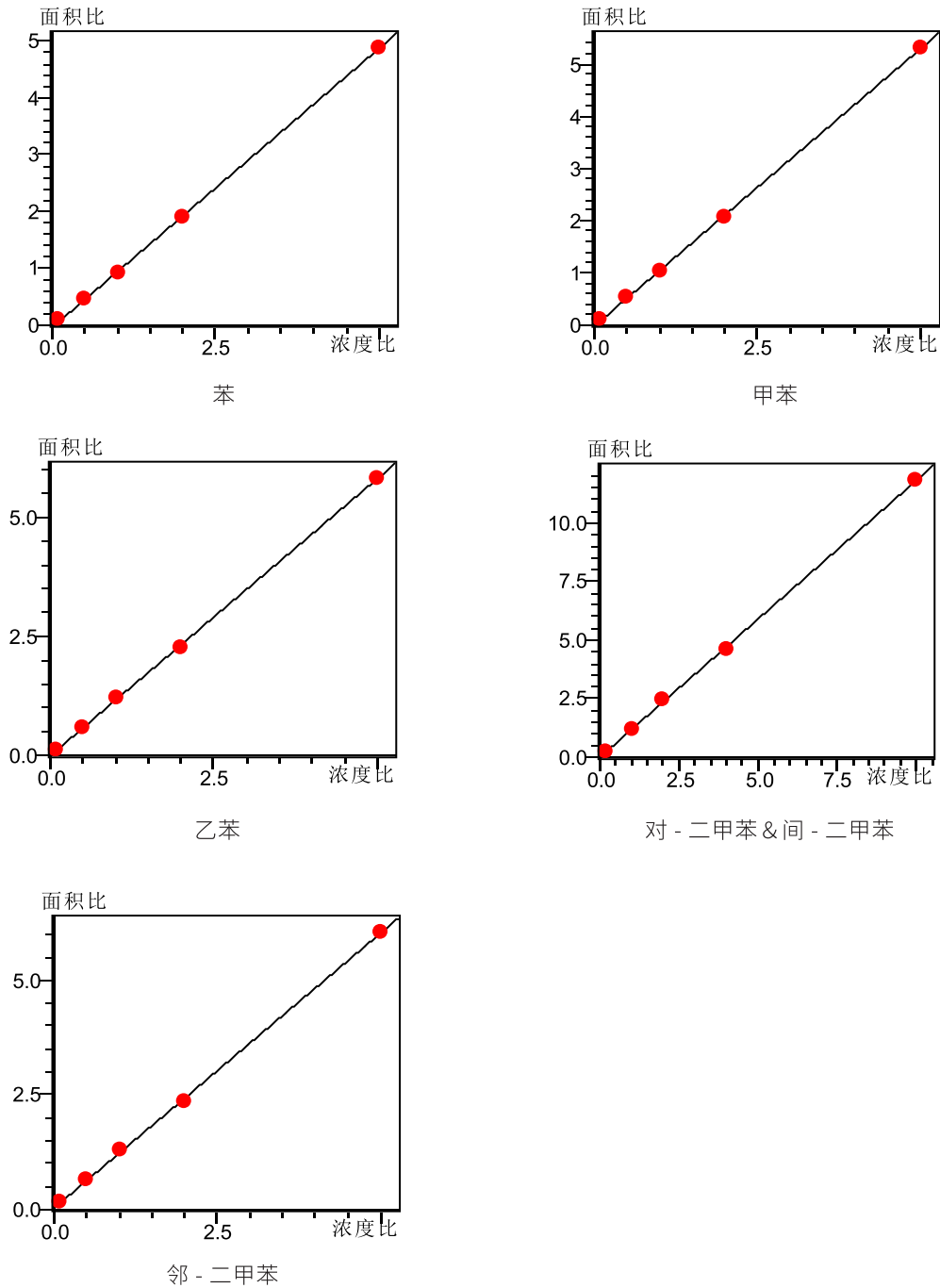


图 2 苯系物标准曲线

表 1 苯系物校准曲线相关系数 (r)、检出限 (LOD)、定量限 (LOQ)

序号	名称	相关系数 r	检测限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)
1	苯	0.9998	1.35	4.49
2	甲苯	0.9999	0.96	3.19
3	乙苯	0.9999	1.52	5.06
4	对 - 二甲苯 & 间 - 二甲苯	0.9997	2.98	9.92
5	邻 - 二甲苯	0.9997	10.66	5.53

### 2.3 重复性实验

按照 1.3 步骤配制 50 µg/mL、100 µg/mL、200 µg/mL 三个浓度标准溶液，连续进样 6 次，考察分析方法各组分保留时间和峰面积与内标峰面积比的重复性，6 种苯系物保留时间的 RSD 值均小于 1.0% 和峰面积与内标峰面积比的 RSD 值均小于 7.0%，方法重复性良好，仪器精密度良好。结果见表 2。

表 2 重复性测试结果 (n=6)

名称	RSD% (50 µg/mL)		RSD% (100 µg/mL)		RSD% (100 µg/mL)	
	R.T.	Area rate	R.T.	Area rate	R.T.	Area rate
苯	0.008	0.89	0.007	6.12	0.009	6.19
甲苯	0.007	1.65	0.006	7.99	0.006	3.18
乙苯	0.006	4.52	0.006	9.58	0.006	3.58
对 - 二甲苯 & 间 - 二甲苯	0.007	4.58	0.007	7.56	0.005	3.60
邻 - 二甲苯	0.006	3.95	0.005	9.28	0.006	3.99

### 2.4 加标回收实验

按照 1.4 步骤中制备样品和加标样品，加标量 2000 µg，6 次平行加标回收实验结果如表 3 所示，各组分加标回收率在 99.00% ~ 108.65% 之间，6 次平行加标回收的相对标准偏差 RSD 在 0.47% ~ 3.51% 之间。

表 2 加标回收实验结果

No.	样品加标苯系物的回收率 (%)						Avg.	RSD (%)
	Trial 1	Trial 2	Trial 3	Trial 4	Trial 5	Trial 6		
苯	107.65	107.9	107.25	108.25	107.55	108.65	107.88	0.47
甲苯	105.36	100.54	101.65	106.66	102.41	100.68	102.88	2.48
乙苯	104.68	100.33	99.06	104.99	99.37	106.01	102.41	3.07
对 - 二甲苯 & 间 - 二甲苯	104.93	99.99	99.00	105.18	99.22	106.60	102.49	3.36
邻 - 二甲苯	105.67	100.75	100.07	106.05	99.70	108.06	103.38	3.51

## ■ 结论

本文建立了使用 GC 法测定车辆涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的方法。方法采用内标法定量，在 10-500 µg/mL 的范围内，各组分线性相关系数均在 0.995 以上，线性良好。对 50、100 和 200 µg/mL 水平的标准溶液重复进样 6 针，各组分的保留时间、峰面积与内标峰面积比的相对标准偏差均小于 0.01% 和 5.0%，重复性良好；平行处理 6 份加标浓度为 2 mg/g 的样品，各组分加标回收率在 99.00% ~ 108.65% 之间，6 次平行加标回收的相对标准偏差在 2.48% ~ 3.36% 之间，回收及精密度良好。该方法操作简捷，为车辆涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的分析。

岛津应用云

