

# GCMS 法测定再生橡胶及制品中 10 种茈萘类化合物含量

## GCMS-566

**摘要：** 本文参考相关行业标准，利用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了再生橡胶及其制品中 10 种茈萘类化合物的检测方法。在 5~200 ng/mL 浓度范围内，10 种茈萘类化合物线性关系良好，相关系数均达到 0.998 以上。取浓度为 5 ng/mL 的 10 种茈萘类化合物标准混合溶液进行重复性测试，各组分峰面积 RSD 均小于 4%。样品加标回收率实验中，10 种茈萘类化合物平均回收率在 94~103% 之间。该方法操作简便，能够有效的测定再生橡胶及其制品中 10 种茈萘类化合物的含量。

**关键词：** GCMS 再生橡胶及其制品 茈萘类化合物

### 技术特点：

- ❖ 样品采用超声萃取，简单方便，可操作性强。
- ❖ 通过优化分析条件，各项检测指标远优于标准的要求。

多环芳烃 (PAHs) 广泛分布于环境中，其数量大、种类多，对人体危害极大。

以橡胶制品废碎料为原料重新加工的橡胶为再生橡胶，加工过程中会加入一定量的橡胶操作油使得橡胶制品变得柔软并具有良好的弹性。石油芳烃类橡胶油由于价格低廉、易加工等特点，使其在橡胶再生工艺过程中被广泛利用，但因芳烃油中会含有茈萘类化合物，在橡胶再生加工过程中会容易重新引入多环芳烃到再生橡胶中，由于茈萘类化合物特别是苯并茈萘类衍生物是致诱变、致癌性很强的化学物质，欧盟多环

芳烃指令规定橡胶填充用芳烃油含有苯并 [a] 茈萘超过 1 mg/kg 或所列出的 PAHs 的总含量超过 10 mg/kg，则不得投放市场或使用它来生产轮胎或轮胎的部件。因此，必需对再生橡胶的质量进行严控。

本文参考行业标准《SN/T 5583-2023 再生橡胶及其制品中茈萘等 10 种茈萘类化合物的测定 气相色谱-质谱法》，利用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了再生橡胶中 10 种茈萘类化合物的检测方法。结果表明，该方法简便、能够有效地应对再生橡胶及其制品中 10 种茈萘类化合物的测试。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪 GCMS-QP2050

### 1.2 分析条件：

色 谱 柱：	SH-Rxi-PAH, 30 m × 0.25 mm × 0.10 μm
柱 温 程 序：	60°C (2 min)_30°C /min_290°C (3 min)_15°C /min_330°C (8 min)
进 样 方 式：	不分流进样
进 样 量：	1 μL
进 样 口 温 度：	300°C
载 气 控 制 方 式：	色谱柱流量
色 谱 柱 流 量：	1.5 mL/min
离子化方式：	EI
离子源温度：	250°C
接 口 温 度：	300°C
检 测 器 电 压：	调谐电压 +0.2 kV
采 集 方 式：	SIM, 各化合物信息见表 1

### 1.3 样品前处理



图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 10 种芘类化合物标准色谱图

10 种芘类化合物混合标准溶液色谱图如下所示。

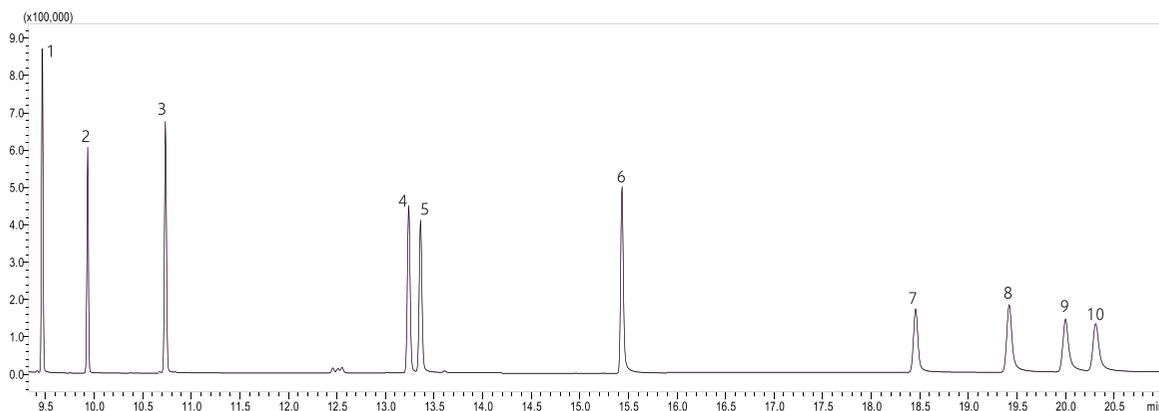


图 2 10 种芘类化合物标准溶液色谱图（浓度 50 ng/mL）

表 1 10 种芘类化合物信息

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	芘	Pyrene	129-00-0	9.464	202	200,203
2	1-甲基芘	1-Methylpyrene	2381-21-7	9.934	216	189,215
3	环戊烯 [c,d] 芘	Cyclopenta[c,d]pyrene	27208-37-3	10.728	226	224,227
4	苯并 [a] 芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8	13.237	252	126,250
5	苯并 [e] 芘	Benzo[e]pyrene	192-97-2	13.342	252	126,250
6	茛并 [1,2,3-cd] 芘	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	15.410	276	138,277
7	二苯并 [a,i] 芘	Dibenzo[a,i] pyrene	191-30-0	18.448	302	300,303
8	二苯并 [a,e] 芘	Dibenzo[a,e] pyrene	191-65-4	19.412	302	300,303
9	二苯并 [a,j] 芘	Dibenzo[a,j] pyrene	189-55-9	19.938	302	300,303
10	二苯并 [a,h] 芘	Dibenzo[a,h] pyrene	189-64-0	20.247	302	300,303

## 2.2 标准曲线

分别配制 5、10、20、50、100 和 200 ng/mL 的 10 种茈萸类化合物混合标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线，部分化合物标准曲线和质量色谱图见图 3、图 4。

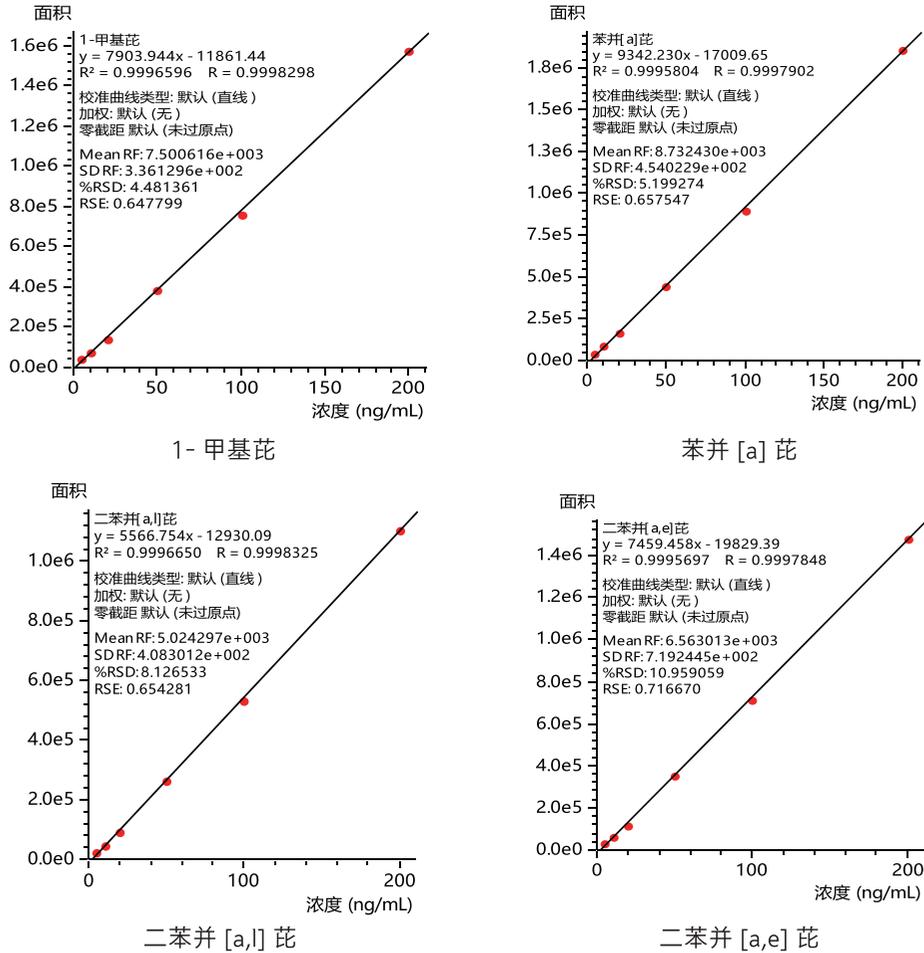
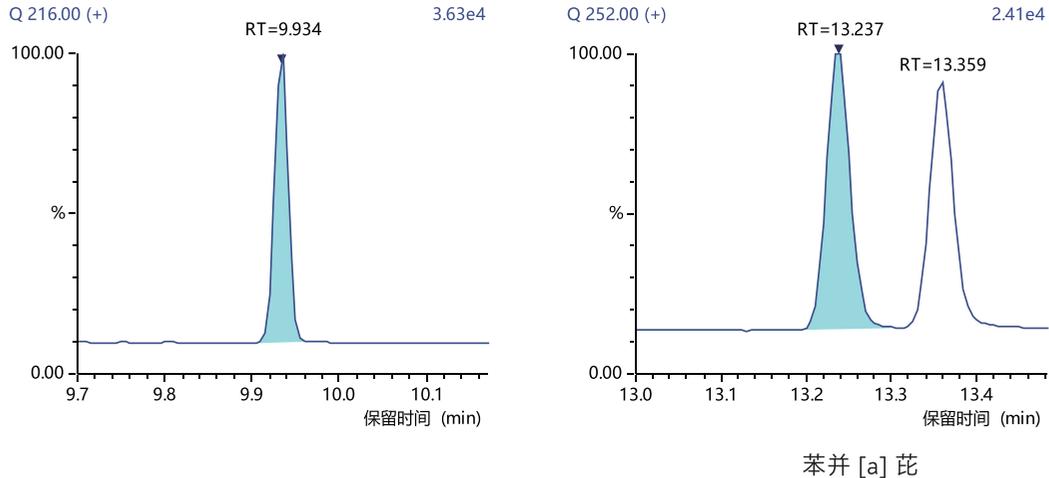


图 3 部分化合物标准曲线



苯并[a]茈萸

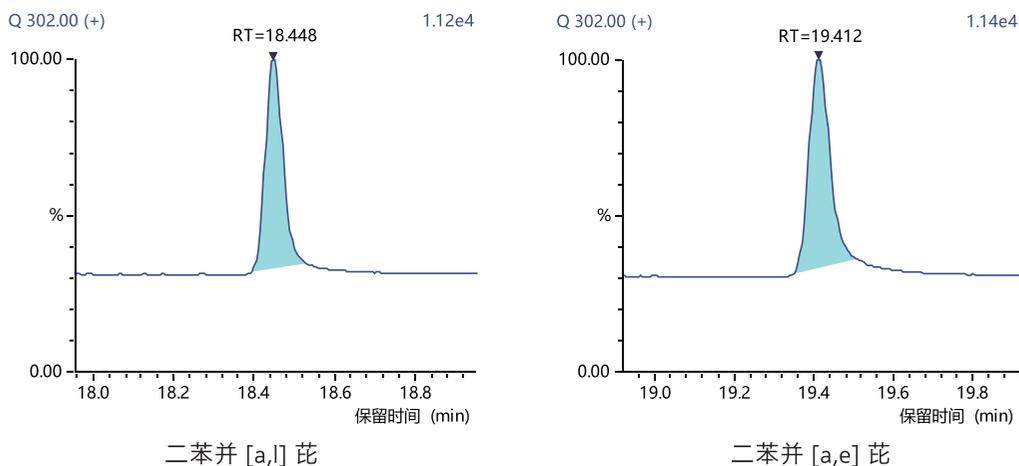


图 4 部分化合物质量色谱图 (浓度 5 ng/mL)

表 2 10 种芘类化合物标准曲线相关系数、重复性及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	峰面积 (n=6) RSD (%)	检出限 (ng/mL)
1	芘	0.9994	1.02	0.025
2	1- 甲基芘	0.9997	1.05	0.047
3	环戊烯 [c,d] 芘	0.9995	0.99	0.031
4	苯并 [a] 芘	0.9996	1.34	0.031
5	苯并 [e] 芘	0.9997	1.14	0.033
6	茚并 [1,2,3-cd] 芘	0.9995	1.30	0.031
7	二苯并 [a,i] 芘	0.9997	1.40	0.069
8	二苯并 [a,e] 芘	0.9996	2.52	0.066
9	二苯并 [a,i] 芘	0.9995	3.85	0.109
10	二苯并 [a,h] 芘	0.9989	3.21	0.128

### 2.3 重复性及检出限

取浓度为 5 ng/mL 的 10 种芘类化合物混合标准溶液连续进样 6 针，考察重复性。并以 5 ng/mL 混合标准溶液测定结果计算各化合物的仪器检出限 (S/N=3)，重复性及检出限结果见表 2。

### 2.4 样品测试及加标回收率

取再生橡胶样品，按照 1.3 进行样品前处理，经 GCMS 测定，该样品色谱图如图 5 所示，该样品未检测到上述 10 种芘类化合物。

以该样品为空白样品，在样品中添加 10 种芘类化合物混标，添加浓度为 50 ng/g，按照 1.3 平行处理 3 份，10 种芘类化合物加标平均回收率结果见表 3。

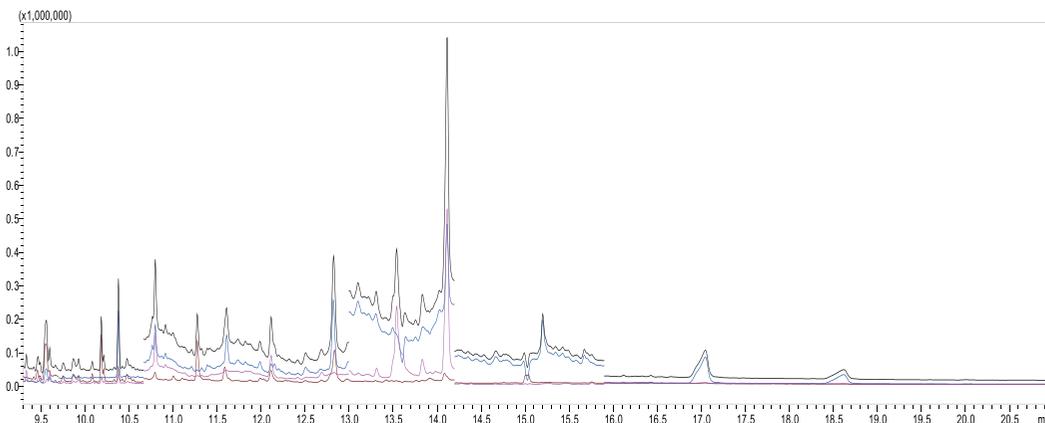


图5 再生橡胶样品色谱图

表3 10种茈萘类化合物回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	茈萘	99.0	2.79
2	1-甲基茈萘	95.4	2.38
3	环戊烯 [c,d] 茈萘	96.8	3.09
4	苯并 [a] 茈萘	94.8	2.79
5	苯并 [e] 茈萘	95.0	3.82
6	茚并 [1,2,3-cd] 茈萘	95.8	3.56
7	二苯并 [a,i] 茈萘	101.0	1.36
8	二苯并 [a,e] 茈萘	99.2	1.36
9	二苯并 [a,i] 茈萘	102.4	1.70
10	二苯并 [a,h] 茈萘	102.6	3.29

## ■ 结论

本文参考行业标准《SN/T 5583-2023 再生橡胶及其制品中茈萘等 10 种茈萘类化合物的测定 气相色谱 - 质谱法》，利用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了再生橡胶及其制品中 10 种茈萘类化合物含量的检测方法。在 5~200 ng/mL 浓度范围内，10 种茈萘类化合物线性关系良好，相关系数均达到 0.998 以上。取浓度为 5 ng/mL 的 10 种茈萘类化合物标准混合溶液进行重复性测试，各组分峰面积 RSD 均小于 4%。样品加标回收率实验中，10 种茈萘类化合物平均回收率在 94~103% 之间。该方法操作简便，能够有效的测定再生橡胶及其制品中 10 种茈萘类化合物的含量。

岛津应用云

