

硫化橡胶中 18 种多环芳烃的测定

1 前言

多环芳烃 (PAHs) ,即为分子中含有两个或两个以上苯环的碳氢化合物,根据苯环的连接方式可将多环芳烃分为多苯代脂肪烃、联苯和稠合多环芳烃三类。

本文建立了硫化橡胶中多环芳烃的气质检测方法 ;样品剪碎后采用用乙酸乙酯超声提取后过滤,取滤液上 GC-MS 测定;选择离子监测模式扫描,外标法定量。

2 实验部分

2.1 主要设备与试剂

GC-MS3100 型气质联用仪

分析天平、超声波仪、涡旋混合器、冰箱、25mL 具塞玻璃试管、0.45um 有机系一次性过滤头、2mL 玻璃注射器、2mL 小样品瓶、移液枪、剪刀等。

试剂:18种多环芳烃混标(1000ug/mL),乙酸乙酯(色谱纯)

2.2 标准溶液的配制

准确移取 100uL 18 种多环芳烃标准储备液 (1000ug/mL) 于 10mL 容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,摇匀,即配成 10ug/mL 的标准中间溶液;然后分别准确移取适量标准中间溶液,用乙酸乙酯逐级稀释成浓度为 0 μ g/mL, 0.5 μ g/mL, 1 μ g/mL, 2 μ g/mL, 4 μ g/mL 的标准系列溶液,摇匀,取 1 μ L 上 GC-MS 测试。

2.3 样品处理

用剪刀将样品剪成粒径小于 2mm 的颗粒,准确称取 0.2g 剪碎后的样品,放入 25mL 具塞玻璃试管中,准确加入 10mL 乙酸乙酯并密封试管,置于超声波仪中超声提取 30min 后,于涡旋混合器上涡旋 2min,再放于超声波仪中超声 50min,再涡旋 2min,放置室温

后用 0.45um 有机系一次性过滤头过滤，取 1μL 滤液上机测试。

2.4 分析条件

色谱条件：Equity-5 (30m×0.25mm×0.25um) 石英毛细管柱，柱前压：100KPa，不分流进样，进样量：1μL，进样口：300℃，吹扫流量：2mL/min，柱温：50℃保持 2min，然后以 25℃/min 速率升至 200℃，再以 5℃/min 升至 300℃保持 10min。

质谱条件：EI 源，离子源温度：250℃，电子能量：70eV，扫描方式：全扫描定性，选择离子扫描定量；扫描范围：45~350u，接口温度：300℃，溶剂延迟：5min。

3 实验结果

3.1 样品谱图

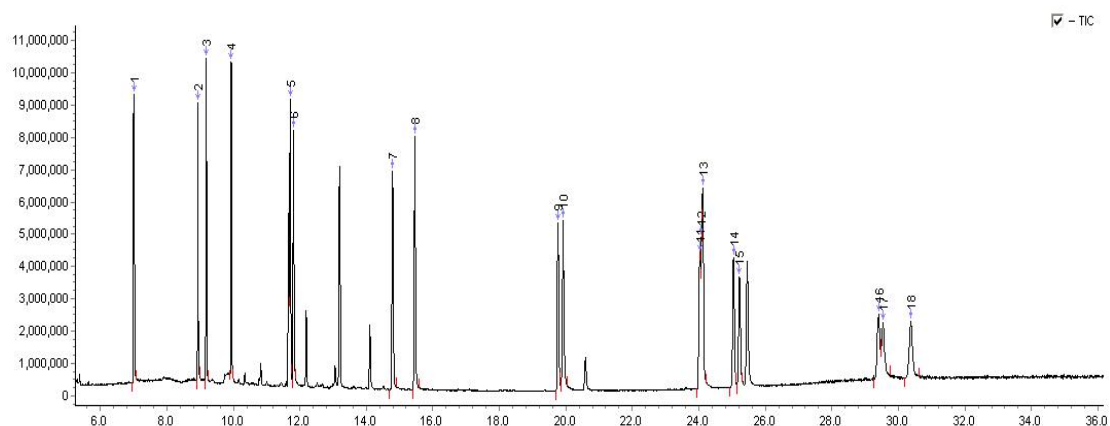


图 1 18 种多环芳烃全扫描色谱图

表 1 18 种多环芳烃相关信息

序号	中文名称	保留时间	定性离子	定量离子	CAS 号
1	萘	7.02	127,128, 129	128	91-20-3
2	蒽烯	8.94	151,152,153	152	208-96-8
3	蒽	9.19	152,153,154	154	83-32-9
4	芴	9.94	163,165,166	166	86-73-7
5	菲	11.70	176,178	178	85-01-8
6	蒽	11.81	176,178	178	120-12-7
7	荧蒽	14.79	101,200,202	202	206-44-0
8	芘	15.46	101,200,202	202	129-00-0

9	苯并 [a] 蒽	19.78	114,226,228	228	56-55-3
10	屈	19.92	114,226,228	228	218-01-9
11	苯并 [b] 荧蒽	24.03	126,250,252	252	205-99-2
12	苯并 [k] 荧蒽	24.07	126,250,252	252	207-08-9
13	苯并 [j] 荧蒽	24.11	126,250,252	252	205-82-3
14	苯并 [e] 芘	25.04	126,250,252	252	192-97-2
15	苯并 [a] 芘	25.22	126,250,252	252	50-32-8
16	蒽苯 [1,2,3-cd] 芘	29.40	138,274,276	276	193-39-5
17	二苯并 [a,h] 蒽	29.54	139,276,278	278	53-70-3
18	苯并 [g,h,i] 花	30.38	138,274,276	276	191-24-2

表 2 橡胶样品测试结果

序号	中文名称	保留时间	橡胶样品 (mg/kg)
1	萘	7.02	ND
2	萘烯	8.94	ND
3	萘	9.19	ND
4	芴	9.94	4.54
5	菲	11.70	27.52
6	蒽	11.81	ND
7	荧蒽	14.79	ND
8	芘	15.46	39.40
9	苯并 [a] 蒽	19.78	35.16
10	屈	19.92	93.83
11	苯并 [b] 荧蒽	24.03	ND
12	苯并 [k] 荧蒽	24.07	ND
13	苯并 [j] 荧蒽	24.11	ND
14	苯并 [e] 芘	25.04	218
15	苯并 [a] 芘	25.22	80
16	蒽苯 [1,2,3-cd] 芘	29.40	ND
17	二苯并 [a,h] 蒽	29.54	25.40
18	苯并 [g,h,i] 花	30.38	52.63

注：ND 表示未检出

3.2 结论

建立了橡胶中 18 种多环芳烃同时检测的 GC-MS 测试方法，该方法样品处理过程简单易操作，采用 Equity-5 石英毛细管柱对各组分进行分离，选择离子监测模式扫描，外标法定量；实验结果表明，国产 GC-MS3100 型气质联用仪可以进行此方面的分析测试工作。

