

涂料中有机锡 GC-MS 分析

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

GC-MS3100 型气质联用仪

分析天平、涡旋混合器、PH 计、超声波仪、0.45um 有机系一次性过滤头、移液枪、25mL 具塞玻璃试管、2ml 玻璃或一次性注射器等。

试剂：二丁基氯化锡（DBT）标准品（纯度 97%），四乙基硼酸钠（纯度≥98%），冰醋酸，无水醋酸钠，甲醇（色谱纯），正己烷（色谱纯），试剂用水等。

1.2 样品处理

称取 1g 涂料粉末于 25mL 玻璃具塞试管中，加入 5mL 甲醇，于涡旋混合器上涡旋 2min，再置于超声波仪中超声提取 20min，再涡旋混合提取 1min，放置室温后再加入 5mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液（PH4.5）和 2mL 四乙基硼酸钠水溶液（2%），迅速涡旋混合 2min，室温下充分反应 30min，然后加入 2mL 正己烷涡旋混合萃取，静置分层后，取上层有机相经 0.45um 一次性有机系过滤头过滤，滤液置于 2ml 的带盖小样品瓶中，供 GC-MS 分析。

1.3 标准溶液的衍生化

取 1mL 有机锡标准工作溶液于 25mL 具塞玻璃试管中，加入 5mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液，再加入 2mL 四乙基硼酸钠水溶液（2%），迅速涡旋混合 2min，室温下充分反应 30min，然后加入 2mL 正己烷涡旋混合萃取，静置分层后，取正己烷层置于 2ml 的带盖小样品瓶中，供 GC-MS 分析。

1.4 分析条件

色谱条件：Equity-5（30m×0.25mm×0.25μm）石英毛细管柱，柱前压 80KPa，不分流进样，进样量：1uL，分流比：60:1，吹扫流量：3mL/min，汽化室：270℃，柱温：

50℃保持 1min，然后以 10℃/min 升至 250℃，保持 5min。

质谱条件：EI 源，电子能量 70eV，离子源 200℃，接口 270℃，扫描方式：全扫描定性，

扫描范围：50u~400u，溶剂峰时间：10min，电子倍增器高压：1300V。

选择离子监测：m/z 151,177,179,205,233,263。

2 实验结果

2.1 样品谱图

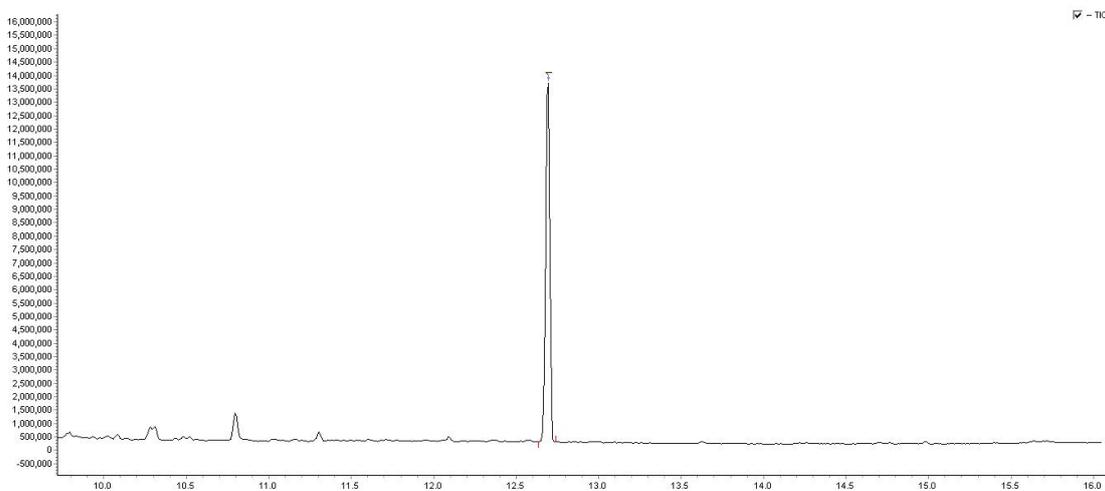


图 1 二丁基锡 (DBT) 标样衍生物全扫描色谱图

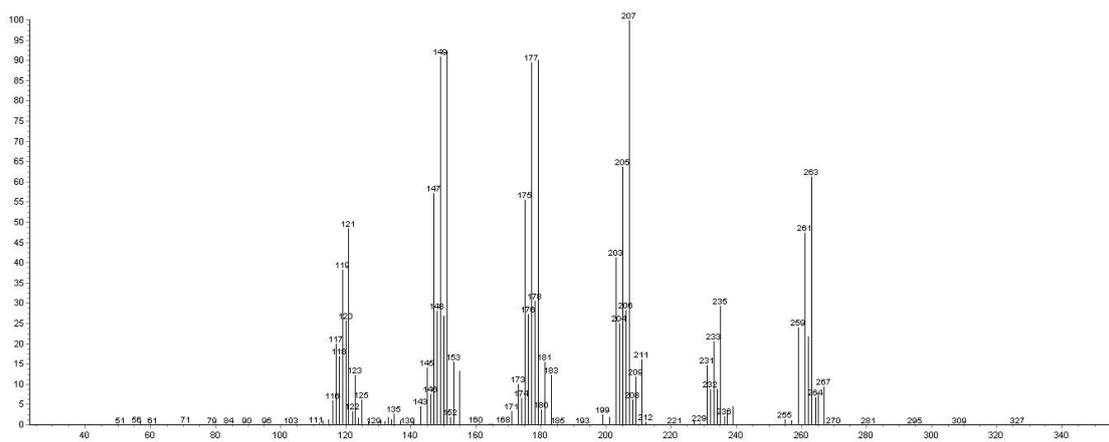


图 2 二丁基锡 (DBT) 标样衍生物全扫描质谱图

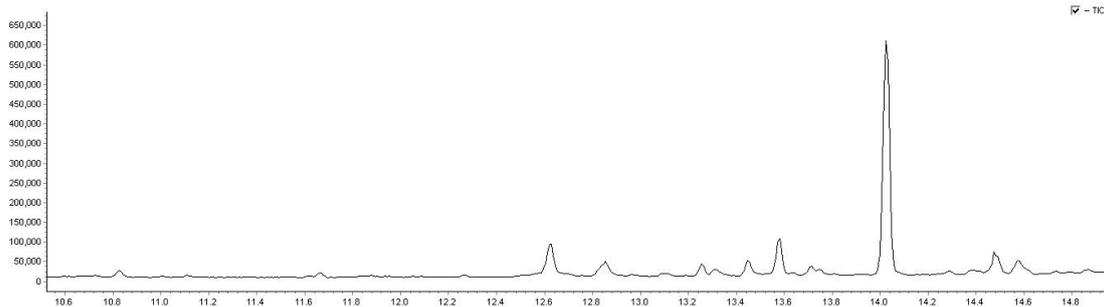


图3 涂料样品选择离子扫描色谱图

2.2 标准曲线

分别取 1mL 浓度为 0, 0.2, 2, 5, 10, 20ug/mL 有机锡标准工作系列甲醇溶液，衍生化后用 2mL 正己烷涡旋萃取，最终正己烷萃取液的浓度 0, 0.1, 1, 2.5, 5, 10ug/mL；取 1uL 正己烷萃取液进 GC-MS 分析，以定量离子 m/z 263 峰面积为横坐标，正己烷萃取液浓度为纵坐标绘制标准工作曲线。

