

气相色谱-质谱法测定羧基丁苯胶乳中有害成分

1 前言

采用气相色谱-质谱联用仪对羧基丁苯胶乳中的成分进行定性分析；用 Equity-5 (30m×0.25mm×0.25μm)毛细管柱对各组分进行分离，质谱仪进行检测，通过 NIST 标准谱图库检索定性，共鉴定出 10 种组分。

2 实验部分

2.1 主要设备与试剂

GC-MS 3100 型气相色谱-质谱联用仪；

色谱柱：Equity-5 (30m×0.25mm×0.25 μ m)毛细管柱；

涡旋混合器，移液枪，微量注射器；

试剂：环己烷（色谱纯）。

2.2 样品处理

移取 2mL 羧基丁苯胶乳样品于 25mL 具塞玻璃试管中，加入 5mL 环己烷，于涡旋混合器上涡旋混合 3min，静置，然后用 0.45um 滤膜过滤后待 GC-MS 分析。

2.3 仪器条件

色谱条件：Equity-5 (30m×0.25mm×0.25μm)石英毛细管柱，柱前压 80KPa，分流进样，分流比：10:1，进样量：1uL，吹扫流量：2ml/min，汽化室：290℃，柱温：40℃保持 2min，以 10℃/min 升至 300℃,保持 20min。

质谱条件：EI 源，电子能量 70eV，离子源 200℃，接口 290℃，扫描方式：全扫描定性，扫描范围：35u~800u；电子倍增器高压：1150V。

2.4 样品谱图

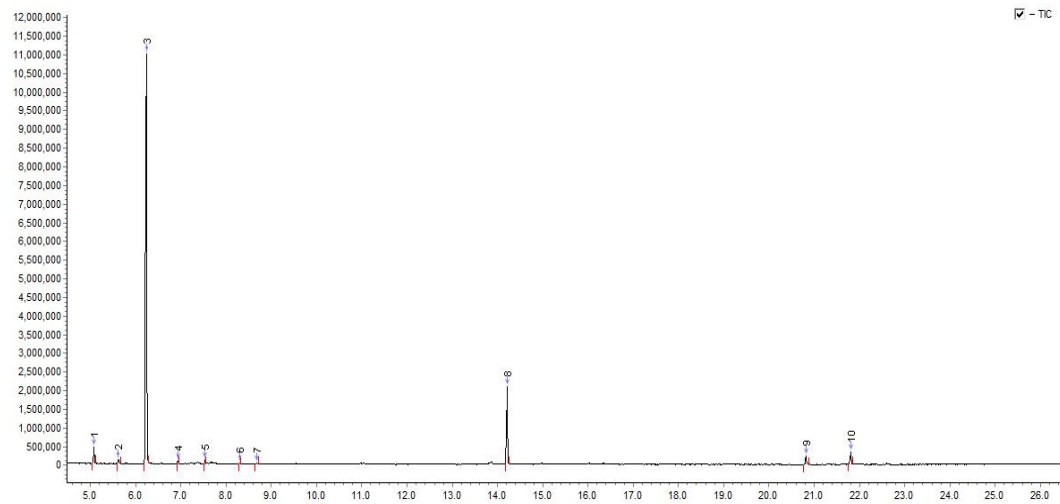
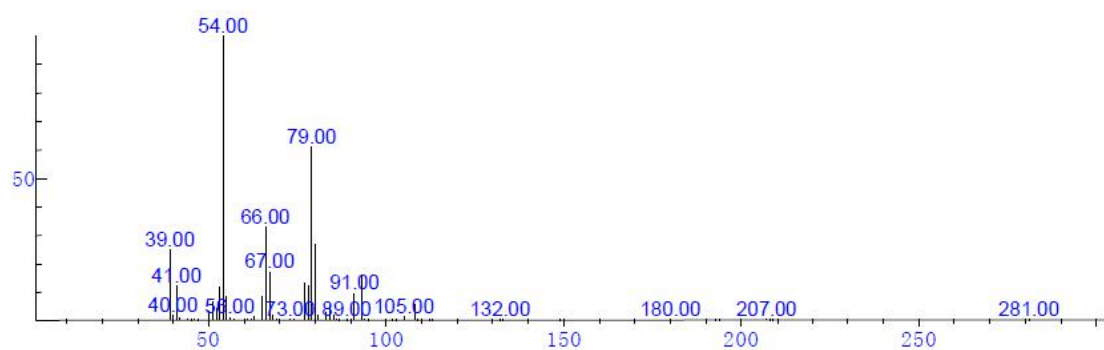


图 1 羧基丁苯胶乳样品提取液全扫描谱图

表 1 羧基丁苯胶乳样品提取液定性结果

峰号	中文名称	英文名称	保留时间	CAS 号
1	4-乙烯基环己烯	Cyclohexene, 4-ethenyl-	5.08	100-40-3
2	乙苯	Ethylbenzene	5.62	100-41-4
3	苯乙烯	Styrene	6.24	100-42-5
4	异丙苯	Benzene, (1-methylethyl)-	6.94	98-82-8
5	丙苯	Benzene, propyl-	7.53	103-65-1
6	丙烯基苯	cis-.beta.-Methylstyrene	8.31	766-90-5
7	仲丁苯	Benzene, (1-methylpropyl)-	8.68	135-98-8
8	4-苯基-1-环己烯	Benzene, 3-cyclohexen-1-yl-	14.21	4994-16-5
9	邻苯二甲酸二异丁酯	1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester	20.82	84-69-5
10	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	21.80	84-74-2



Cyclohexene, 4-ethenyl-
LibID:-1 分子式:C₈H₁₂ 分子量:108 离子数量:68
SI%:86 CAS#:100403 NIST#:227540

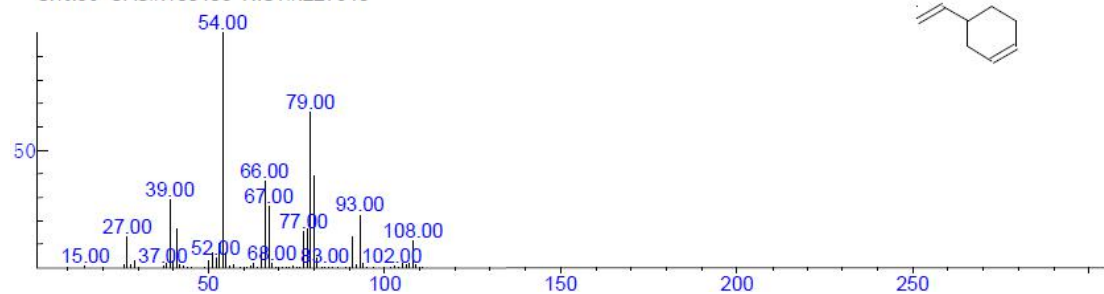
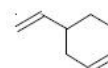
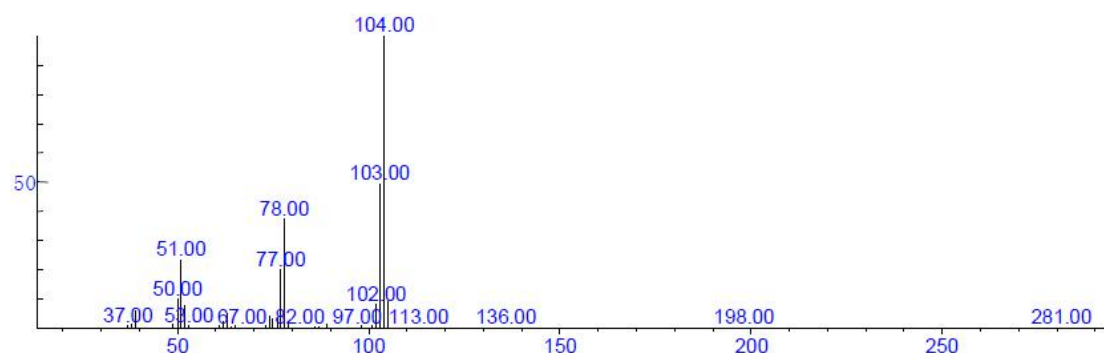


图2 1号峰 4-乙烯基环己烯质谱图及检索结果



Styrene
LibID:-1 分子式:C₈H₈ 分子量:104 离子数量:46
SI%:95 CAS#:100425 NIST#:39510

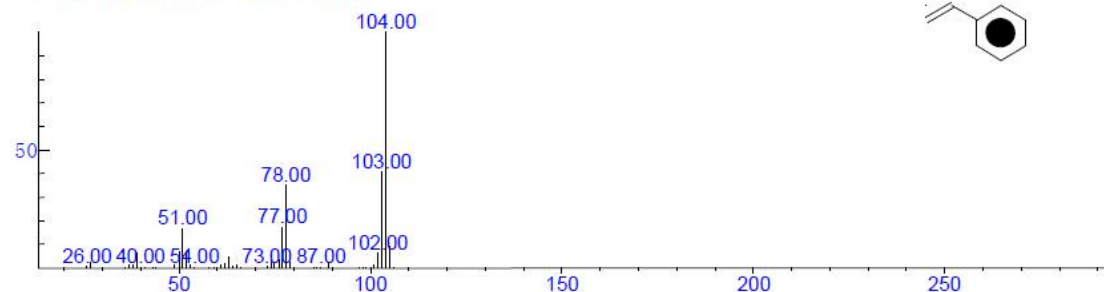
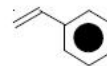


图3 3号峰苯乙烯质谱图及检索结果

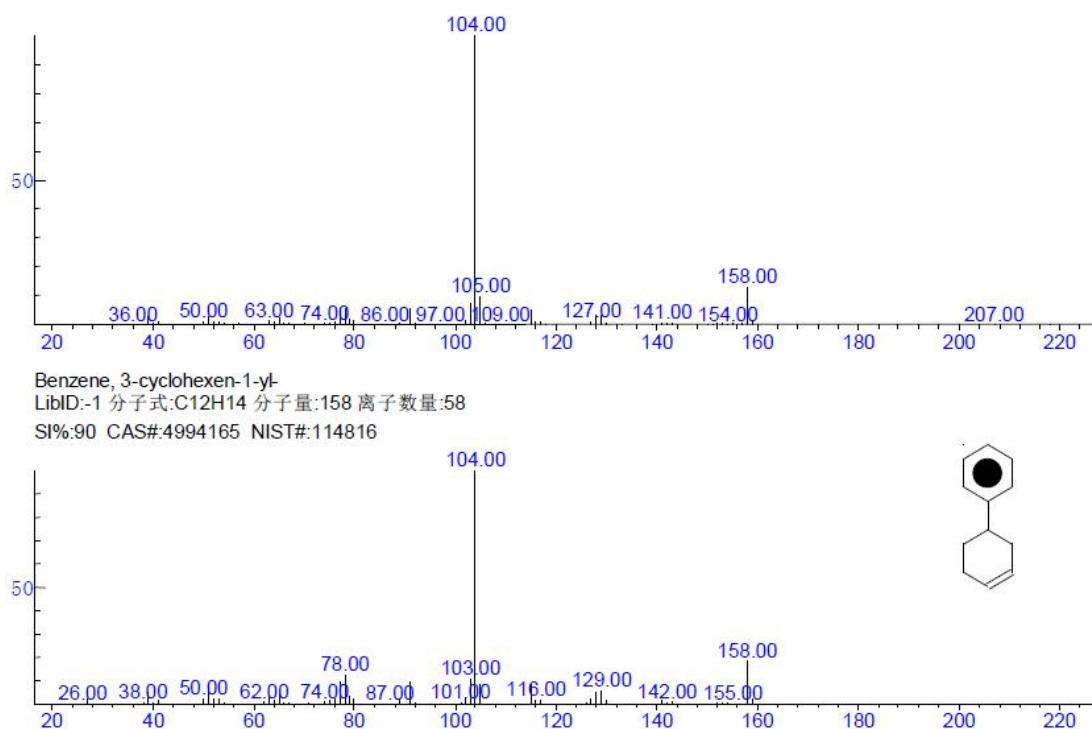


图4 8号峰4-苯基-1-环己烯质谱图及检索结果

3 结果与讨论

采用气相色谱-质谱联用仪对羧基丁苯胶乳中的成分进行定性分析；经过不断的摸索和尝试，最终确定采用环己烷作为提取溶剂效果较好，操作简单、快速。通过 NIST 标准谱图库检索定性，共鉴定出 10 种组分，主要组分为 4-苯基-1-环己烯、苯乙烯、4-乙烯基环己烯、乙苯、异丙苯等有害物质，检索匹配度大于 85%，定性快速而准确。