



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3618.2—2013

塑胶材料中苯乙酮的测定 第2部分：气相色谱-质谱联用法

Determination of acetophenone in plastic and rubber materials—
Part 2: Gas chromatography-mass method

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

SN/T 3618《塑胶材料中苯乙酮的测定》共分为 2 部分：

——第 1 部分：高效液相色谱法；

——第 2 部分：气相色谱-质谱联用法。

本部分为 SN/T 3618 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 及 GB/T 20000.4—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国莆田出入境检验检疫局、中华人民共和国泉州出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：林碧芬、童玉贵、程群、方光伟、黄萍、傅俊渊、楼珏、林中、徐丽清。

塑胶材料中苯乙酮的测定

第2部分:气相色谱-质谱联用法

1 范围

SN/T 3618 的本部分规定了采用气相色谱-质谱仪测定塑胶材料中苯乙酮含量的方法。

本部分适用于乙烯-醋酸乙烯共聚物(简称 EVA)、聚氯乙烯(简称 PVC)等塑胶材料中苯乙酮含量的测定。

2 方法提要

试样用二氯甲烷超声波提取,提取液浓缩定容后,用气相色谱-质谱仪进行测定,采用全扫描检测进行定性,选择离子进行外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯或以上纯度试剂。

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 二氯甲烷,经检查无干扰物质存在。

3.3 苯乙酮:纯度 $\geq 98\%$ (CAS号:98-86-2)。

3.4 标准储备溶液:准确称取适量的苯乙酮标准品,用甲醇(3.1)配制成浓度约为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。

3.5 标准工作溶液:根据需要用二氯甲烷将标准储备溶液(3.4)逐级稀释至浓度为 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪:配有 EI 源。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3 超声波发生器:工作频率 40 kHz。

4.4 离心机。

4.5 反应器:管状,带旋盖(有聚四氟乙烯垫片),约 50 mL,由硬质玻璃制成。

4.6 旋转蒸发仪。

5 分析步骤

5.1 样品制备

取有代表性的试样,用适当工具破碎至 3 mm \times 3 mm 以下,混匀,待用。

5.2 提取

称取 1.0 g(精确至 0.01 g)试样,如果试样密度较小,可先用滤纸包住,置于反应器(4.5)中,加入 30 mL 二氯甲烷(3.2),用力振摇,使所有试样浸于液体中,在超声波发生器(4.3)中超声萃取 30 min。将萃取液移入浓缩瓶中,残渣再分别用 20 mL 二氯甲烷(3.2)萃取二次,合并萃取液。浓缩瓶置于旋转蒸发仪(4.6)上,于 35 ℃ 水浴中缓慢浓缩至近 5.0 mL,用二氯甲烷(3.2)定容至 10.0 mL,离心,取上层液,进行气相色谱-质谱分析。

5.3 测定

5.3.1 气相色谱-质谱测定条件

由于测试结果取决于所用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能得到有效的分离,下面给出的操作参数已被证明是可行的,仅作为测定时的参考:

- a) 毛细管色谱柱:DB-17 MS 30 m×0.25 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 柱温:50 ℃(3 min) $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 150 ℃(5 min);
- c) 进样口温度:200 ℃;
- d) 质谱接口温度:280 ℃;
- e) 载气:氦气(纯度≥99.999%),流量:1.0 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 质量扫描范围:40 amu~200 amu;
- i) 进样方式:不分流进样;
- j) 进样量:1 μL;
- k) 溶剂延迟:7 min。

5.3.2 气相色谱-质谱分析定性及定量

按 5.3.1 规定的色谱质谱条件,待仪器稳定后,将标准工作溶液(3.5)与样液等体积参插进样测定。如果样液与标准工作溶液的总离子流色谱图中,在样液保留时间与标准溶液中对应保留时间偏差在±2.5%之内;且样液谱图中苯乙酮特征离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液谱图中对应的特征离子的相对丰度进行比较,偏差不得超过表 1 规定的范围,则可判定为样液中存在苯乙酮。(苯乙酮定性离子(m/z):105,77,120,其丰度比为 100:65:35),定量离子(m/z):105。苯乙酮的总离子流图参见附录 A 中的图 A.1,质谱图参见附录 A 中的图 A.2。

根据样液中被测物的含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液,对标准工作溶液与样液等体积参插进样测定,标准工作溶液和待测样液中苯乙酮的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

注 1: 如果样液的检测响应值超出仪器检测的线性范围,可适当稀释后测定。

注 2: 在上述分析条件下,苯乙酮标准物的气相色谱-质谱总离子流图和质谱图参见附录 A。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

%

相对离子丰度	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差	±20	±25	±30	±50

6 结果计算

样品中苯乙酮的含量,由式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中苯乙酮的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中苯乙酮的峰面积;

c ——标准工作液中苯乙酮的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准工作液中苯乙酮的峰面积;

m ——样液代表的试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。当结果超过 100 mg/kg 时,表示到个位。

7 方法检出限

本方法的测定低限:5.0 mg/kg。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

SN/T 3618.2—2013

附录 A

(资料性附录)

苯乙酮标准物的 GC/MS 总离子流图和质谱图

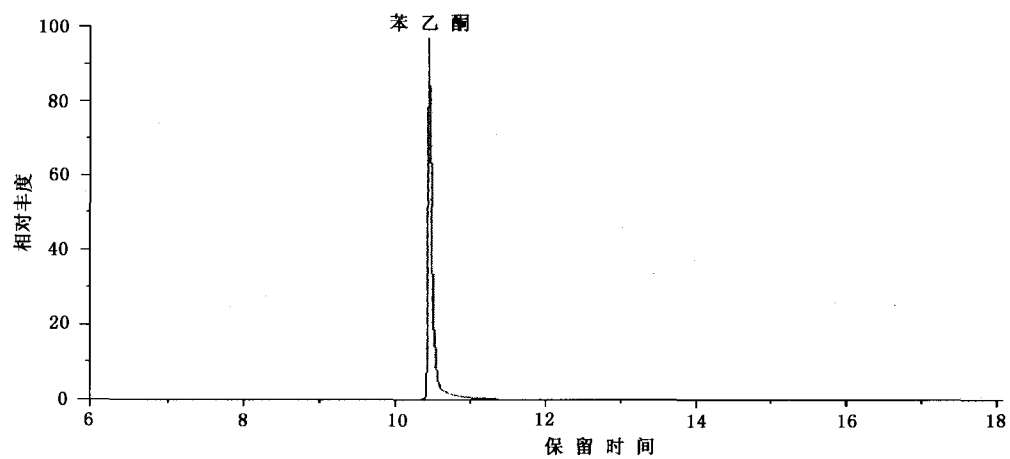


图 A.1 苯乙酮的总离子流图

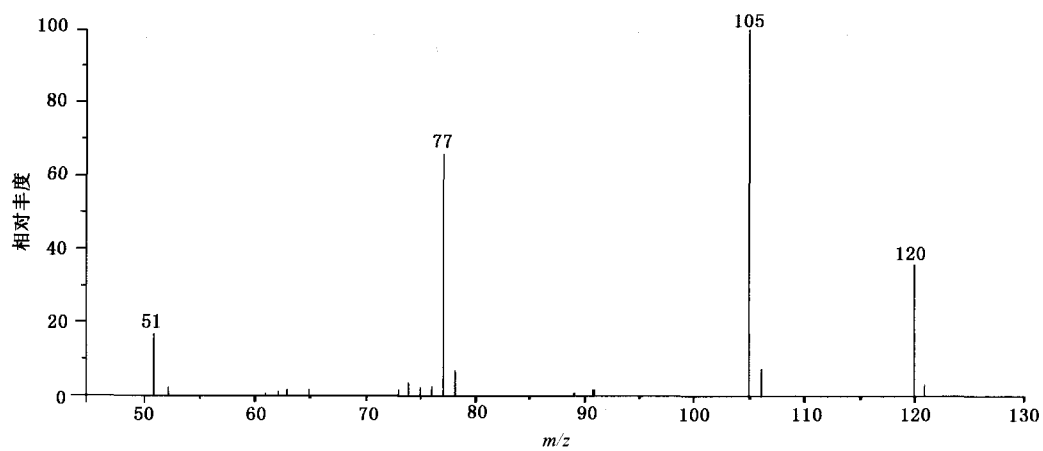


图 A.2 苯乙酮的质谱图