

# 气相色谱质谱联用法检测纺织品中含氯苯酚

GCMS-082

**摘要：**用丙酮提取纺织品试样，提取液浓缩后用碳酸钾溶液溶解，经乙酸酐乙酰化后以正己烷提取，经气相色谱质谱联用法测定及确证纺织品中含氯苯酚残留量。

**关键词：**纺织品 气相色谱质谱联用法 含氯苯酚

作为纺织服装防腐、防霉、防蛀剂的含氯苯酚，主要有三氯苯酚、四氯苯酚和五氯苯酚。试验表明，含氯苯酚对人体有较大的生物毒性，人体吸入或经皮肤吸收可引起多种疾病，而且其还具有蓄集作用，自然降解过程长，对环境有害。许多发达国家和国际权威组织也相继颁布技术法规和标准，明确规定了含氯苯酚的限量要求，例如德国对四氯苯酚（TeCP）和五氯苯酚（PCP）的限量要求为，非接触皮肤产品 5 mg/kg，接触皮肤的产品为 0.5 mg/kg；荷兰和奥地利对 PCP 限量为 5 mg/kg；瑞士对 TeCP 和 PCP 的限量为 10 mg/kg；国际纺织品生态研究和检测协会颁布的 Oeko-Tex® Standard 100 标准和我国国家标准 GB/T18885-2009《生态纺织品技术要求》都对 TeCP 和 PCP 限量作了严格规定。在婴儿类产品中 TeCP 和 PCP 的含量均不得超过 0.05 mg/kg，在其他直接接触皮肤、不直接接触皮肤产品和家饰材料中 TeCP 和 PCP 的含量均不得超过 0.5 mg/kg。

本文利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 对纺织品中的四氯苯酚、五氯苯酚进行分析，分离度、线性关系及重复性好，定量准确。

## 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

日本岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5MS 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm

进样口温度：270℃

色谱柱温度：50℃ (1min)\_30℃ /min\_200℃ \_10℃ /  
min \_220℃ \_30℃ /min \_290℃ (5min)

恒线速度：44 cm/sec

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：250℃

色谱 - 质谱接口温度：290℃

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式进行定量分析，选择离子见表 1。

表 1 2 种含氯苯酚乙酸酯选择离子

序号	化合物名称	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	2,3,5,6- 四氯苯酚 (TeCP) 乙酸酯	232	230、234、272
2	五氯苯酚 (PCP) 乙酸酯	266	264、268、308

## 样品的制备

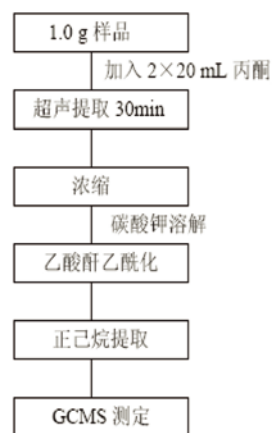


图 1 样品制备流程图

## 结果讨论

### 3.1 含氯苯酚衍生化后的色谱图

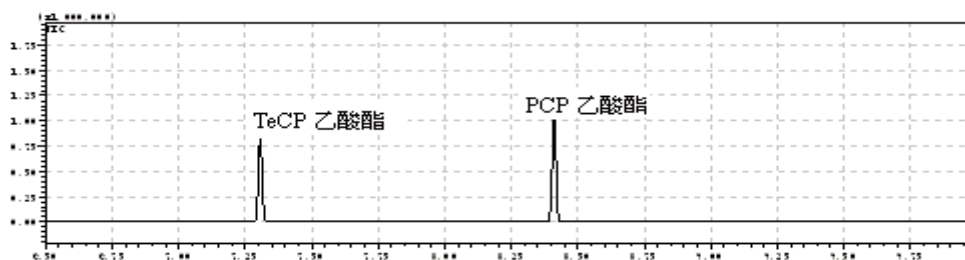


图 2 TeCP 和 PCP 乙酸酯混合标准溶液的 TIC 图

### 3.2 标准曲线

配制浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 mg/L 的 TeCP 和 PCP 混合标准溶液，经衍生化处理，以 SIM 方式采集，得到标准曲线如下：



图 3 TeCP 和 PCP 乙酸酯标准曲线图

### 3.3 重复性测试

取 0.1 mg/L 的 TeCP 乙酸酯和 PCP 乙酸酯混合标准溶液进行重复性测试，结果见表 2、表 3。

表 2 含氯苯酚峰面积重复性结果(n=6)

序号	TeCP 乙酸酯	PCP 乙酸酯
1	14287	20072
2	14287	20072
3	14287	20072
4	14287	20072
5	14287	20072
6	14287	20072
RSD(%)	1.28	1.10

表 3 含氯苯酚保留时间重复性结果(n=6)

序号	TeCP 乙酸酯	PCP 乙酸酯
1	7.305	8.409
2	7.305	8.409
3	7.305	8.409
4	7.305	8.409
5	7.305	8.409
6	7.305	8.409
RSD(%)	0.01	0.01

### 3.4 检出限与定量限

以 3 倍信噪比计算 TeCP 乙酸酯检出限为 0.005 mg/kg，PCP 乙酸酯检出限为 0.003 mg/kg。以 10 倍信噪比计算 TeCP 乙酸酯定量限为 0.02 mg/kg，PCP 乙酸酯定量限为 0.01 mg/kg。

### 3.5 回收率测试

称取三份试样各 1.0 g，将 TeCP 和 PCP 混合标准溶液添加于样品中，添加浓度为 0.05 mg/L，按上述方法进行样品前处理，考察方法回收率。回收率测定结果见表 4。加标试样中 TeCP 的平均回收率为 94.7%，PCP 的平均回收率为 90.4%，完全满足检测的需要。

表 4 回收率测定结果

化合物名称	回收率 (%)			平均值 (%)
	1	2	3	
TeCP	92.1	95.4	96.6	94.7
PCP	88.9	91.6	90.7	90.4

## 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪，对纺织品中的四氯苯酚、五氯苯酚进行分析，结果表明线性关系及重复性良好，灵敏度高，定量准确，四氯苯酚平均加标回收率为 94.7%，其检测定量限为 0.02 mg/kg，五氯苯酚平均加标回收率为 90.4%，其检测定量限为 0.01 mg/kg，完全满足国际生态法规中规定 0.05 mg/kg 限量的检测要求。