

# 柱前衍生 - 气相色谱质谱法测定日化品洗涤剂中辛基酚、壬基酚含量

GCMS-125

**摘要：**烷基酚类化合物如辛基酚、壬基酚具有很强的内分泌干扰作用，是环境荷尔蒙化学物质之一。壬基酚的母体化合物壬基酚聚氧乙烯醚被广泛应用于合成洗涤剂中，因此监测日化品洗涤剂中壬基酚含量具有极其重要的意义。本文采用柱前衍生 - 气相色谱质谱联用仪，建立了一种日化品洗涤剂中辛基酚、壬基酚的检测方法，该方法操作简单、灵敏度高、适用性强，适合于批量样品的分析。

**关键词：**柱前衍生 气相色谱质谱联用仪 日化品洗涤剂 辛基酚 壬基酚

烷基酚类化合物如辛基酚、壬基酚具有较强的环境内分泌干扰作用。壬基酚的结构与动物体的雌激素雌二醇结构相似，当进入雄性动物体后，会对动物体内分泌造成影响，使雄性动物产生雌性化。壬基酚为制造壬基酚聚氧乙烯醚 NPnEO 的原料之一，主要用于 NPnEOs 的生产，而 NPnEO 在市场上主要作为日化品洗涤剂中非离子表面活性剂。我国是 NPnEO 的消费大国，大部分用于合成日化品洗涤剂。因此，对日化品洗涤剂中辛基酚、壬基酚进行定性定量的监测分析，具有极其重要的意义。

现行烷基酚的检测方法主要有气相色谱法、气相色谱质谱联用法、液相色谱串联质谱联用法等。柱前衍生作为前处理方式，具有改善分离度、降低沸点等优点。其原理是利用衍生化试剂将分析对象进行衍生化后再分析测定，这种方法相对于未衍生方法灵敏度可以大大提高。本文通过优化柱前衍生及气相色谱质谱分析条件，建立了一种日化品洗涤剂中辛基酚、壬基酚的检测方法，该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 分析条件

GCMS 参数：

色谱柱：Rtx-5 ms, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃

进样方式：分流，50:1

载气控制方式：恒线速度，36.5 cm/sec

柱温程序：50℃ ( 2 min ) \_20℃ /min\_100℃ \_  
10℃ /min\_290℃ ( 2 min )

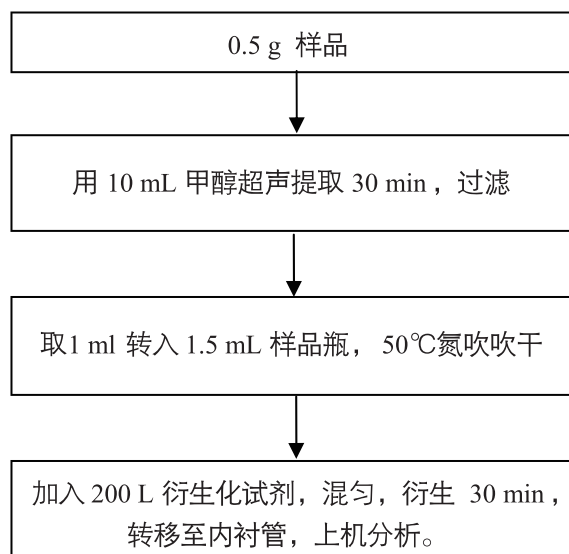
接口温度：280℃

离子源温度：200℃

离子化方式：EI

采集方式：SIM，具体离子见表 1

### 1.3 样品前处理



## 结果与讨论

### 2.1 标准谱图

4-n- 壬基酚，4-n- 辛基酚混合标准溶液总离子流图如图 1 所示。

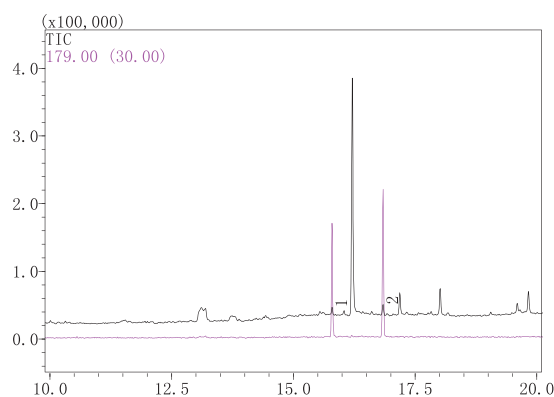


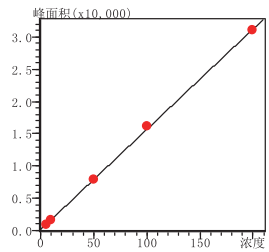
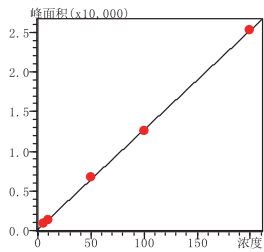
图 1 标准溶液总离子流图 (100 μg/L)

表 1 标准溶液保留时间和特征离子

序号	名称	保留时间 (min)	定量离子	参考离子
1	4-n-辛基酚	15.792	179	180,278
2	4-n-壬基酚	16.842	179	180,292

## 2.2 标准曲线

使用丙酮配制 4-n-辛基酚, 4-n-壬基酚混合标准系列, 浓度分别为 5、10、50、100 和 200  $\mu\text{g/L}$ , 50 $^{\circ}\text{C}$  氮吹吹干。加入 200  $\mu\text{L}$  衍生化试剂, 混匀, 衍生 30 min。各组标准曲线如下所示。



## 2.3 检出限

根据 5  $\mu\text{g/L}$  标准溶液数据, 计算方法检出限 (3 倍噪声计算)。各组检出限见表 2。

表 2 各组检出限

No.	名称	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	4-n-辛基酚	1.4
2	4-n-壬基酚	0.8

## 2.4 重现性测试

取 10  $\mu\text{g/L}$  标准溶液进行重现性测试, 结果见表 3, 结果表明重现性良好。

表 3 面积重现性测试

No.	化合物名称	面积1	面积2	面积3	面积4	面积5	RSD (%)
1	4-n-辛基酚	1501	1466	1450	1470	1499	1.498
2	4-n-壬基酚	1786	1856	1760	1759	1814	2.277

## 2.5 样品及回收率测试

将 4-n-辛基酚和 4-n-壬基酚混合标准溶液分别添加到两个样品中, 按照样品前处理方法制备, 样品中加标浓度分别为 50  $\mu\text{g/L}$  和 20  $\mu\text{g/L}$ 。每浓度加标样品分别平行制样 3 次。回收率结果见表 4~5。

表 4 样品 1 加标回收率

No.	名称	样品1 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD% (n=3)	样品1 加标 平均回收率% 50 $\mu\text{g/L}$	RSD% (n=3)
1	4-n-辛基酚	N.D	-	98.94	2.31
2	4-n-壬基酚	N.D	-	92.59	1.53

表 5 样品 2 加标回收率

No.	名称	样品2 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD% (n=3)	样品2 加标 平均回收率% 20 $\mu\text{g/L}$	RSD% (n=3)
1	4-n-辛基酚	N.D	-	99.13	4.64
2	4-n-壬基酚	5.25	4.71	96.82	2.87

## 结论

采用岛津公司气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra) 分析日化品洗涤剂中的辛基酚和壬基酚, 方法操作简单, 检测灵敏度高, 重现性好。本方法可以用于日化品洗涤剂中的辛基酚和壬基酚的检测。