

GCMS 法测定纺织品中卡拉花醛的含量

GCMS-471

摘要：本文建立了气相色谱质谱联用法测定纺织品中卡拉花醛的分析方法。在 0.1~20 mg/L 范围内建立标准曲线，线性关系良好，相关系数 R 大于 0.999。取浓度为 0.1 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，卡拉花醛同分异构体峰面积 RSD 均小于 4.2%，重复性良好。对纺织品样品进行 25 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 97.5%。该方法简单快捷，能够准确分析纺织品中卡拉花醛的含量。

关键词：气相色谱质谱联用法 纺织品 卡拉花醛

随着功能纺织品的不断出现，香味和纺织品的结合应用也更加广泛。香味有镇静安神，舒缓紧张情绪，解除压力等功能，纺织品设计师为了适应人们的需求，研发了各种带有香味的纺织品。卡拉花醛是一种缩醛类高档香料，具有强烈干燥、透发性的木质琥珀香气及出色的织物留香能力，广泛应用在纺织品等与生活息息相关的消费品中。

然而，研究发现卡拉花醛及其同分异构体是高持久性、高生物蓄积性物质（vPvB），欧洲化学品管理局（ECHA）已于 2015 年将其列入第 13 批高度关注

物质（SVHC）清单中，也被同时列入欧盟 REACH 法规附件 XVII 限制条款中。根据 REACH 法规的要求，在欧盟销售或使用的产品涉及 SVHC 时必须满足相关法规的限量要求，否则不得进入欧盟市场。

本文参照 SN/T 5339-2021《进出口纺织品卡拉花醛的测定气相色谱-质谱法》，采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中卡拉花醛含量的测定方法，该方法操作简单，能够准确分析纺织品中卡拉花醛的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱联用仪 GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：100°C (1 min)_10 °C /min_300°C (5 min)

进样口温度：290°C

载气控制模式：恒线速度 (37.2 cm/sec)

进样方式：分流进样

分流比：20:1

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：210°C

色谱质谱接口温度：280°C

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

采集模式：FASST，选择离子信息见表 1

■ 样品前处理

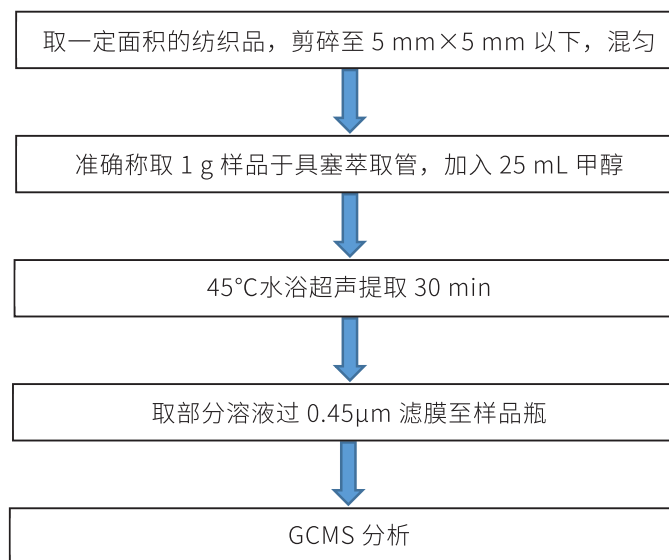


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液谱图

卡拉花醛标准品色谱图如图 2 所示，卡拉花醛同分异构体具体信息见表 1。

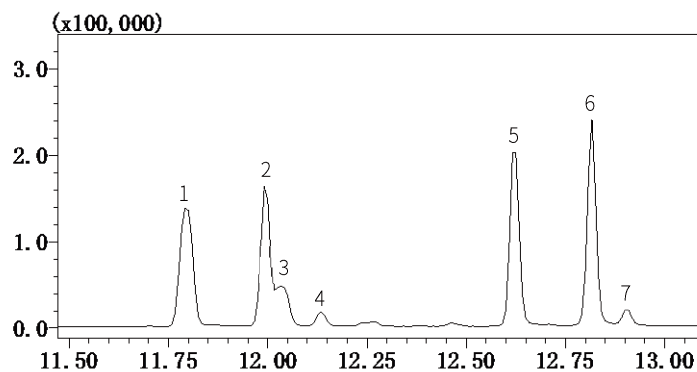


图 2 卡拉花醛标准品色谱图 (5.0 mg/L)

表 1 卡拉花醛同分异构体信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	卡拉花醛 -1			11.800	120	55, 69, 107, 157
2	卡拉花醛 -2			11.995	120	55, 69, 107, 157
3	卡拉花醛 -3			12.035	120	55, 69, 107, 157
4	卡拉花醛 -4	Karanal	319-84-6	12.140	120	55, 69, 107, 157
5	卡拉花醛 -5			12.620	120	55, 69, 107, 157
6	卡拉花醛 -6			12.820	120	55, 69, 107, 157
7	卡拉花醛 -7			11.800	120	55, 69, 107, 157

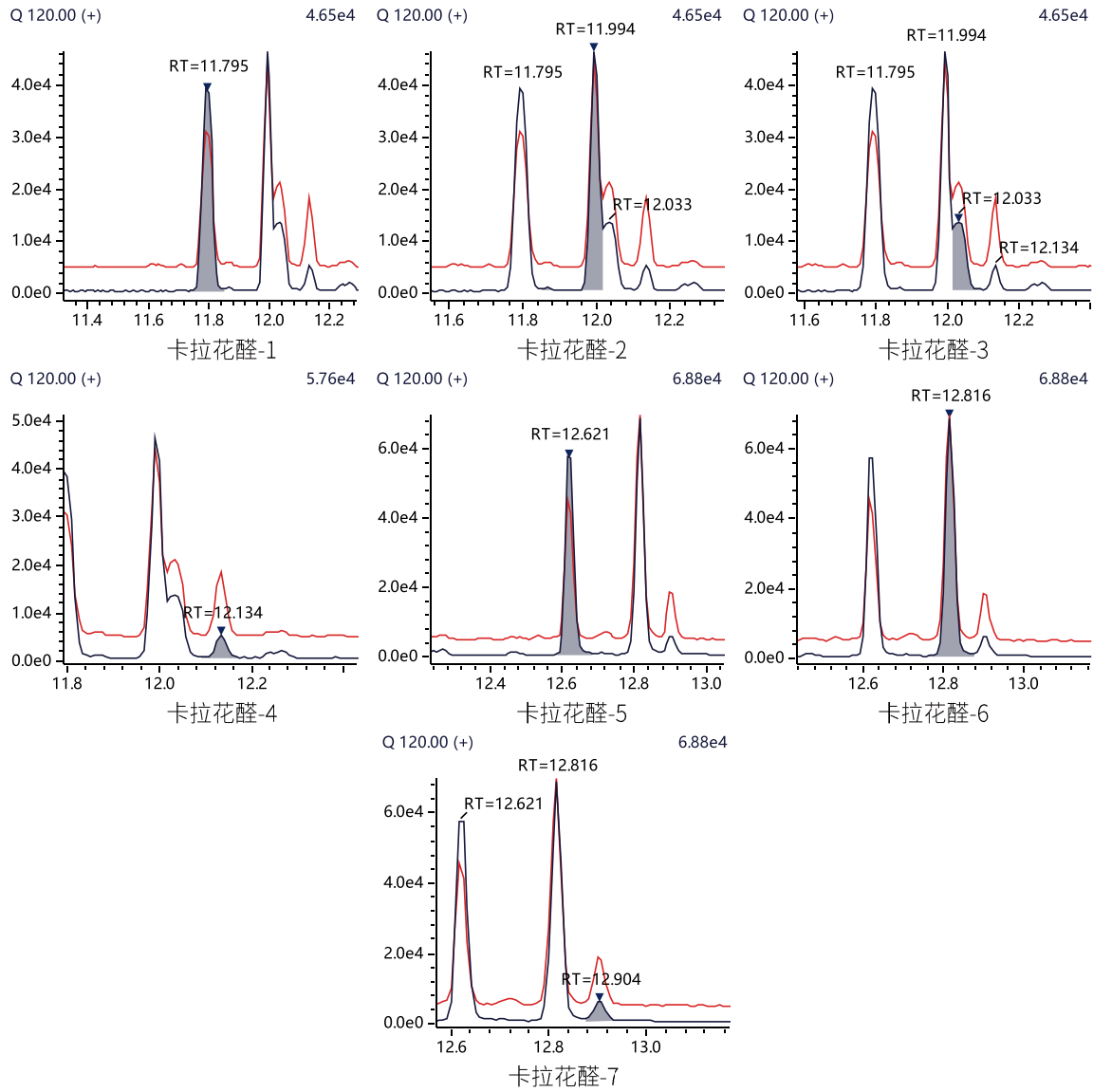


图3 卡拉花醛同分异构体质量色谱图 (5.0 mg/L)

3.2 标准曲线和检出限

使用甲醇配制标准系列溶液，卡拉花醛浓度分别为 0.1、1.0、5.0、10、20 mg/L。以浓度为横坐标，卡拉花醛同分异构体峰面积和为纵坐标做标准曲线，标准曲线如图 4 所示。根据 0.1 mg/L 标准品数据，以 3 倍信噪比计算卡拉花醛的仪器检出限，计算结果见表 2。

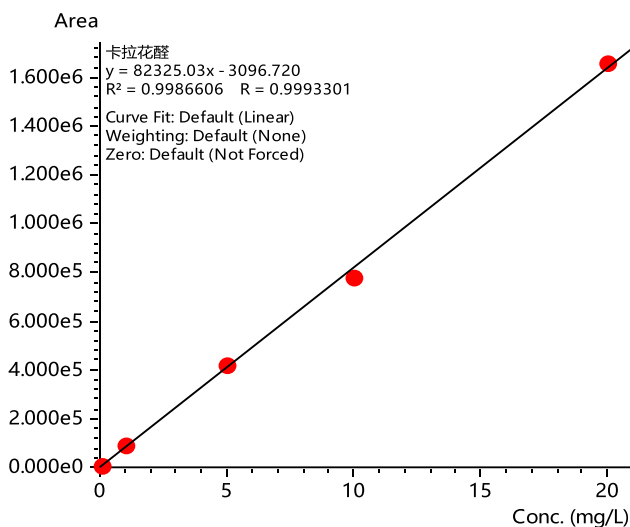


图4 卡拉花醛标准曲线

表2 卡拉花醛标准曲线信息及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	信噪比 (S/N)	检出限 (mg/L)
1	卡拉花醛 -1		241.19	0.0003
2	卡拉花醛 -2		318.63	0.0002
3	卡拉花醛 -3		102.45	0.0002
4	卡拉花醛 -4	0.9993	11.86	0.0006
5	卡拉花醛 -5		386.62	0.0002
6	卡拉花醛 -6		426.87	0.0002
7	卡拉花醛 -7		39.35	0.0003

注：根据卡拉花醛各同分异构体峰面积比例，计算各异构体的具体浓度。
再依据信噪比结果计算各异构体检出限。

3.3 重复性测试

取浓度为 0.1 mg/L 的卡拉花醛标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性，测定结果见表 3。

表3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	卡拉花醛 -1	2202	2083	2165	2171	2148	2216	2.2
2	卡拉花醛 -2	1987	1887	1991	2056	2018	1947	3.0
3	卡拉花醛 -3	658	652	646	683	669	627	2.9
4	卡拉花醛 -4	242	239	219	228	240	235	3.8
5	卡拉花醛 -5	2192	2126	2171	2176	2268	2085	2.9
6	卡拉花醛 -6	2208	2322	2339	2266	2202	2216	2.7
7	卡拉花醛 -7	302	344	332	324	331	327	4.2

3.4 加标回收率

平行取 1.0 g 的空白纺织品样品 3 份，添加卡拉花醛标准品，使卡拉花醛浓度为 25 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1 μ L 进样，考察方法的回收率。样品加标回收结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果

No.	化合物名称	加标测定值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	卡拉花醛	24.78	23.90	24.46	97.5

3.5 样品测定

分别取 3 个纺织品样品，按照上述前处理步骤处理，样品测定结果如下，其中黑色无纺布的色谱图见图 5。

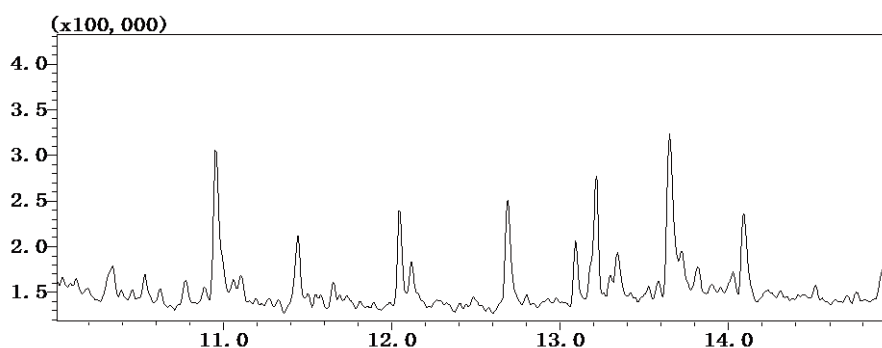


图 5 黑色无纺布色谱图

表 5 样品测定结果 (mg/kg)

No.	化合物名称	白色棉布	白色无纺布	黑色无纺布
1	卡拉花醛	N.D.	N.D.	N.D.

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中卡拉花醛的测定方法。在 0.1~20 mg/L 范围内，卡拉花醛线性良好，相关系数大于 0.999。取浓度为 0.1 mg/L 的卡拉花醛标准溶液，连续 6 次进样，卡拉花醛各同分异构体峰面积 RSD 均小于 4.2%，重复性良好。对空白纺织品进行 25 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 97.5%。该方法操作简单方便，准确可靠，能够用于纺织品中卡拉花醛的含量测定。

岛津应用云

