

# LC-MS 法分析纺织品中的烷基酚聚氧乙烯醚成分

LCMS-037

**摘要：** 本文利用岛津单四极杆质谱仪 LCMS-2050，建立了纺织品中烷基酚聚氧乙烯醚（APnEO，n=2~16）成分的分析方法。样本经甲醇浸泡、振荡、超声提取后，以液相色谱 - 质谱法进行测定。根据各成分的保留时间、定性离子进行定性检验，并基于选定的定量离子采用 SIM 模式进行定量分析。此外，采用阴性纺织品作为阴性基质，对该方法的回收率及基质效应进行考察，其结果显示，回收率和基质效应均表现良好。基于烷基酚聚氧乙烯醚（APnEO，n=2~16）常指的是辛基酚聚氧乙烯醚（OPnEO）和壬基酚聚氧乙烯醚（NPnEO），本方法中使用到 Labsolution 中组校准的方式进行定量处理。本方法适用于纺织品中烷基酚聚氧乙烯醚成分的测定，也可为相关从业人员分析检测提供参考。

**关键词：** 岛津单四极杆质谱仪 LCMS-2050 烷基酚聚氧乙烯醚 纺织品

## 技术特点：

- ❖ 针对聚合物多成分的情况，采用可调节的电压优化更贴合实际检验需求。
- ❖ 针对同种多组分定量的情况，使用组校准的方式进行定量处理。

烷基酚聚氧乙烯醚 (APEO) 是一种重要的聚氧乙烯型非离子表面活性剂。具有性质稳定、耐酸碱和成本低等特征，主要用以生产高性能洗涤剂，是印染助剂中最常用的主要原料之一。APEO 的生物降解性与阴离子表面活性剂和其它非离子表面活性剂相比是最差的。

由于烷基酚聚氧乙烯醚的生物降解性较差，为了防止该类成分危害人体正常激素分泌，从而导致精子数量减少，生殖器官出现异常的情况，中国在一些行业中禁止使用 APEO 成分。

目前，对于纺织品中 APEO 成分的检测手段多为液相色谱法，其主要差别在于检测器的选用不同。本文参考 GB/T 23322-2018 《纺织品 表面活性剂的测定 烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚》中的液相色谱 - 质谱 (LC-MS) 法，使用岛津单四极杆质谱仪 LCMS-2050，建立了一套快速、准确分析纺织品中烷基酚聚氧乙烯醚 (APnEO，n=2~16) 的检测方法，并用于测定纺织品中 APEO 的含量，该方法对该行业的适用性强，可为相关行业应用开发提供依据。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津单四极杆液质联用仪 LCMS-2050，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-40	脱气机：	FCV-11AL
输液泵：	LC-40B X3×2	柱温箱：	CTO-40S
自动进样器：	SIL-40C X3	质谱仪：	LCMS-2050
色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.99		

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Velox C18 (2.1 × 100 mm., 2.7 μm)，岛津（上海）实验器材有限公司，P/N:227-32009-03)

流动相：A-20 mmol/mL 乙酸铵 - 水溶液；B- 甲醇

进样体积：10 μL 柱温：40°C

流速：0.3 mL/min 洗针液：甲醇 / 水 = 1:1 (v:v)

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 80%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
5.00	泵	B Conc	80
5.01	泵	B Conc	95
7.00	泵	B Conc	95
7.01	泵	B Conc	80
9.00	控制器	STOP	

#### 质谱条件

离子化模式： DUIS  
 接口电压： 3 kV  
 检测器电压： +0.25 kV  
 D L 温度： 180°C  
 扫描模式： Scan(m/z 150-1000); SIM(如表 2)

雾化气流速： 3.0 L/min  
 干燥气流速： 5.0 L/min  
 加热气流速： 5.0 L/min  
 脱溶剂温度： 350°C

表 2 SIM 参数

序号	化合物名称	m/z	保留时间	序号	化合物名称	m/z	保留时间
1	OP2EO	312.20	3.009	16	NP2EO	326.24	4.362
2	OP3EO	356.31	3.071	17	NP3EO	370.29	4.485
3	OP4EO	400.36	3.132	18	NP4EO	414.32	4.485
4	OP5EO	444.37	3.194	19	NP5EO	458.37	4.547
5	OP6EO	488.42	3.135	20	NP6EO	502.42	4.627
6	OP7EO	532.45	3.167	21	NP7EO	546.52	4.577
7	OP8EO	576.52	3.230	22	NP8EO	590.52	4.547
8	OP9EO	620.55	3.167	23	NP9EO	634.55	4.608
9	OP10EO	664.54	3.167	24	NP10EO	678.58	4.609
10	OP11EO	708.58	3.136	25	NP11EO	722.63	4.609
11	OP12EO	752.62	3.136	26	NP12EO	766.62	4.563
12	OP13EO	796.67	3.136	27	NP13EO	810.67	4.577
13	OP14EO	840.65	3.134	28	NP14EO	854.69	4.609
14	OP15EO	884.69	3.195	29	NP15EO	898.76	4.607
15	OP16EO	928.73	3.073	30	NP16EO	942.80	4.487

## ■ 样品前处理

将待测样本剪成小于 5 mm×5 mm 的碎片，混匀。称取约 1 g 剪碎后样本于离心管中，加入 30 mL 甲醇并于 70°C 水浴下超声提取 60 min。使用氮吹，40°C 下将提取液吹至近干，准确加入 2 mL 甲醇涡旋振荡复溶，过膜装瓶后，待检测。

本方法中的 APnEO 标准品是含有辛基酚聚氧乙基醚 [OPnEO, C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>n</sub>OH] (n=2~16) 和壬基酚聚氧乙基醚 [NPnEO, C<sub>9</sub>H<sub>19</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>n</sub>OH] (n=2~16) 的标准品。该类标准品属于混合物，其主要成分为聚氧乙基型非离子表面活性剂，通过丙酮溶液配置高浓度储备液后，以初始流动相进行逐级稀释，配置对应的测试溶液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 烷基酚聚氧乙烯醚标准溶液谱图

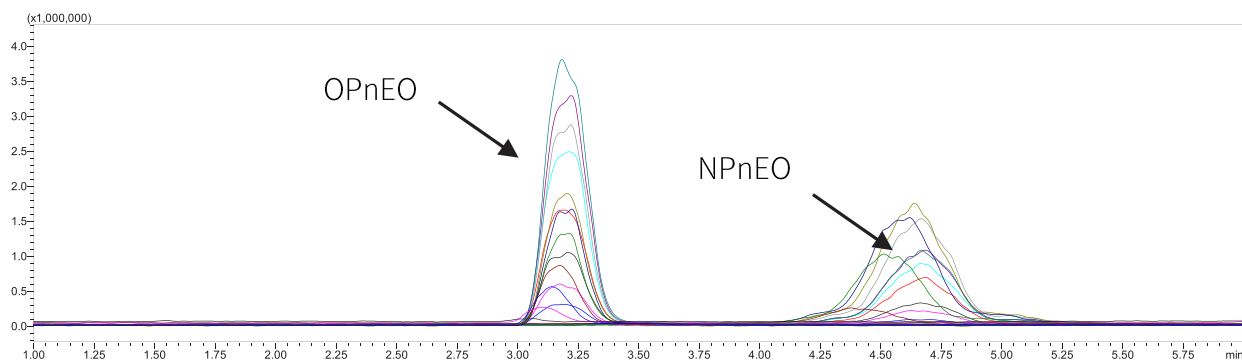


图1 烷基酚聚氧乙烯醚标准溶液 TIC 图 (1  $\mu\text{g/mL}$ )

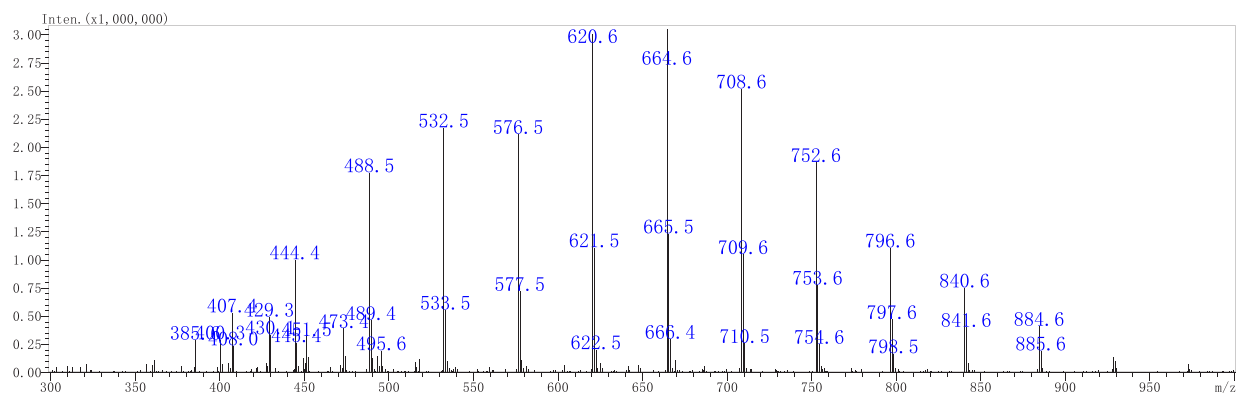


图2 部分 OPnEO 标准溶液质谱图 (1  $\mu\text{g/mL}$ )

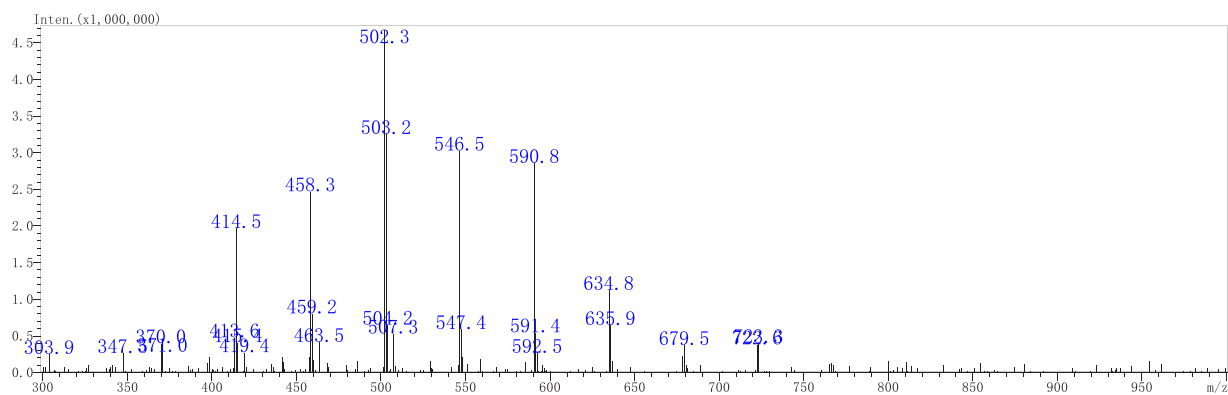


图3 部分 NPnEO 标准溶液质谱图 (1  $\mu\text{g/mL}$ )

### 3.2 校准曲线和检出限

用初始流动相为稀释基质，将标准品溶液逐级稀释为校准曲线浓度后，进行分析，并以组校准进行定量（通过软件得到分组峰的面积总和，再创建该组的校准曲线以及执行该组的定量）。其结果显示，线性范围在 0.5  $\mu\text{g/mL}$ ~10.0  $\mu\text{g/mL}$  间，其相关系数大于 0.999，准确度在 95.3~105.7 间，可满足国家标准 GB/T 23322-2018《纺织品 表面活性剂的测定烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚》中高效液相 - 液质法的测定要求。组校准曲线如图 4。

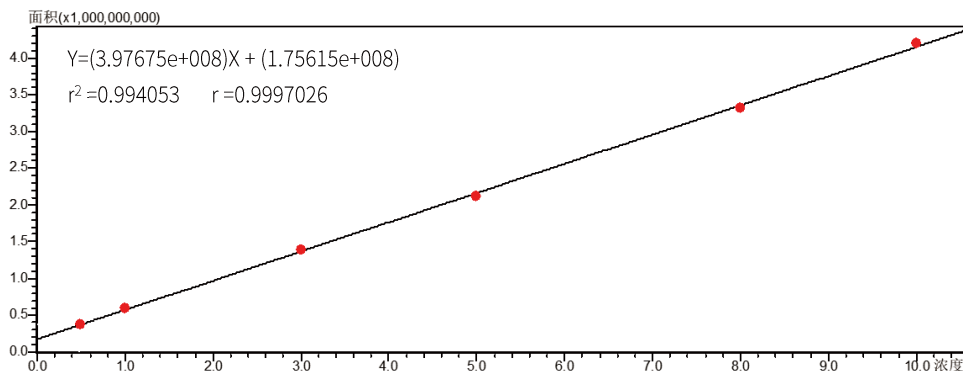


图4 校准曲线

### 3.3 重复性实验

取 1 μg/mL 和 10 μg/mL 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，其结果显示 1 μg/mL 浓度下 RSD 结果为 2.11%，10 μg/mL 浓度下 RSD 结果为 0.46%，重复性良好，结果如下表所示：

表3 标准溶液重复性组校准结果

编号	峰面积 (1 μg/mL)	峰面积 (10 μg/mL)
1	397,897,028	1,021,326,322
2	412,868,066	1,021,335,680
3	413,190,102	1,014,745,587
4	407,618,393	1,011,550,712
5	395,680,221	1,010,645,536
6	395,066,453	1,016,690,756
平均值	403,720,044	1,016,049,099
RSD(%)	2.11	0.46

### 3.4 考察基质效应

阴性样本经前处理后，其提取液作为稀释基质，配置浓度为 1 μg/mL 的样本溶液，与 1 μg/mL 标准溶液的峰面积进行比较，平行三次实验，并通过组校准的方式进行计算，从而测定化合物的基质效应；其结果显示基质效应在 95.9%~97.0% 之间，基质效应影响可忽略。

### 3.5 考察回收率

称取约 1.0 g 纺织物，加入标准溶液，经前处理后，制备出 3 份平行样本为 1 μg/mL 的加标样品用于回收率考察。结果显示，烷基酚聚氧乙烯醚的回收率在 89.6%~94.4% 之间，回收率满足测试需求。

## ■ 结论

本方法采用岛津单四极杆质谱仪 LCMS-2050，建立了纺织品中烷基酚聚氧乙烯醚 (APnEO, n=2~16) 成分的分析方法。在 0.5 μg/mL~10 μg/mL 浓度范围内校准曲线线性良好，相关系数均在 0.999 以上，方法检出限在 0.5 μg/mL，满足标准 GB/T 23322-2018《纺织品 表面活性剂的测定烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚》中的液相色谱-质谱 (LC-MS) 法的检测要求。1 μg/mL 和 10 μg/mL 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 2.11%，精密度良好。1 μg/mL 加标浓度的加标回收率为 89.6%~94.4%。该方法简单方便，能够有效检测纺织品中烷基酚聚氧乙烯醚成分的含量。

岛津应用云

