

# GCMS 法测定纺织品中 1 种阻燃剂中间体和 2 种新型阻燃剂的含量

GCMS-611

**摘要：** 本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中一种阻燃剂中间体（2,3- 二溴丙醇）和两种阻燃剂（二溴新戊二醇、三溴新戊醇）含量的检测方法。在 0.5~20 mg/L 浓度范围内，3 种化合物线性关系良好，相关系数均在 0.999 以上。取 1.0 mg/L 的标准溶液，连续 6 针，进行重复性测试，3 种化合物峰面积 RSD 均小于 5%。加标回收实验中，3 种化合物平均回收率均在 85% 以上。该方法操作简便，能有效地检测纺织品中 2,3- 二溴丙醇、二溴新戊二醇和三溴新戊醇的含量。

**关键词：** GCMS 纺织品 阻燃剂

## 技术特点：

- ❖ 样品经超声萃取，前处理简单，可操作性强。
- ❖ 通过优化分析条件，3 种化合物能有效分离，重复性结果良好。

溴系阻燃剂因价格低廉、耐热性好，广泛用于纺织品、皮革和汽车内饰材料中。2,3- 二溴丙醇主要用作阻燃剂的中间体如合成二（2,3- 二溴丙氧基）二（三溴苯氧基）硅烷阻燃剂时作为中间体使用。二溴新戊二醇和三溴新戊醇可接枝到聚氨酯分子链中加强材料的自熄性，被认为是高效广谱的阻燃剂。然而，越来越多研究表明，该三种物质具有致癌、致突变性和生殖毒性。2021 年 3 月欧洲化学管理局将该 3 种物质

列入了高度关注有毒有害物质 SVHC 清单。

本文采用正己烷 / 丙酮（V/V=4/1）超声萃取，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中一种阻燃剂中间体（2,3- 二溴丙醇）和两种阻燃剂（二溴新戊二醇、三溴新戊醇）含量的检测方法。结果表明，该方法稳定可靠，能有效地检测纺织品中 2,3- 二溴丙醇、二溴新戊二醇和三溴新戊醇的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色 谱 柱：	SH-Rtx-35 MS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm		
柱 温 程 序：	60°C (1 min)_30°C /min_150°C _20°C /min_300°C (2 min)		
进 样 方 式：	不分流进样	离子化方式：	EI
进 样 量：	1 μL	离子源温度：	230°C
进 样 口 温 度：	280°C	接 口 温 度：	280°C
载气控制方式：	色谱柱流量	检测器电压：	调谐电压 +0.3 kV
色 谱 柱 流 量：	1 mL/min	采 集 模 式：	SIM，化合物信息见表 1

## ■ 样品前处理

纺织品样品剪碎至 5 mm×5 mm 以下。样品按下述流程图处理。

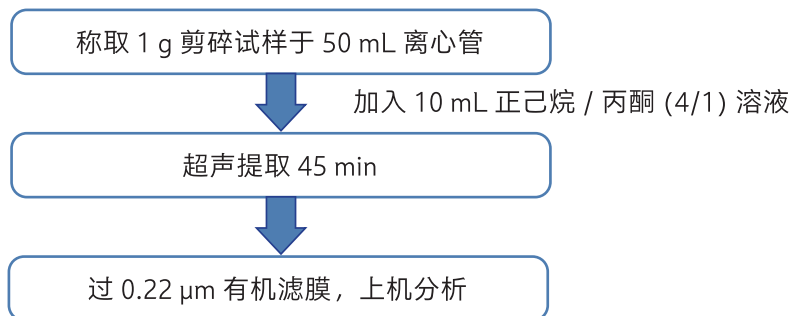


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准色谱图

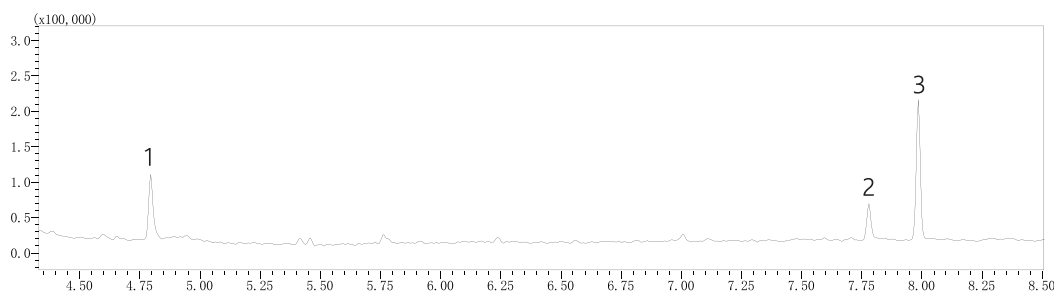


图 2 3 种化合物标准溶液色谱图 (浓度 20 mg/L)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	2,3- 二溴丙醇	2,3-Dibromo-1-propanol	96-13-9	4.792	108	106 136
2	二溴新戊二醇	2,2-Bis(bromomethyl)-1,3-propanediol	3296-90-0	7.778	214	133 153
3	三溴新戊醇	Tribromoneopentyl alcohol	36483-57-5	7.984	214	212 313

### 3.2 标准曲线及检出限

用正己烷 / 丙酮 (V/V=4/1) 分别配制出 0.5、1.0、2.0、5.0、10、20 mg/L 的 3 种化合物混合标准溶液。上机测试。以外标法建立标准曲线。3 种化合物质量色谱图和标准曲线见图 3、图 4。取 1.0 mg/L 的标准溶液结果，以 3 倍信噪比计算出该 3 种化合物的仪器检出限。标准曲线及检出限结果见表 2。

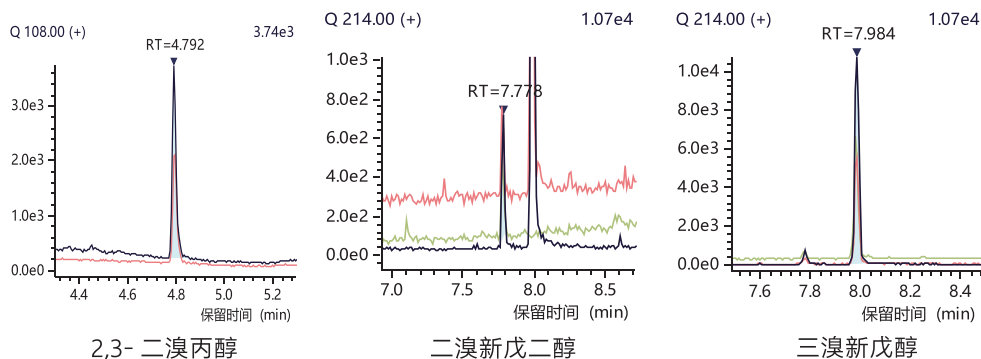


图 3 3 种化合物质量色谱图 (浓度 0.5 mg/L)

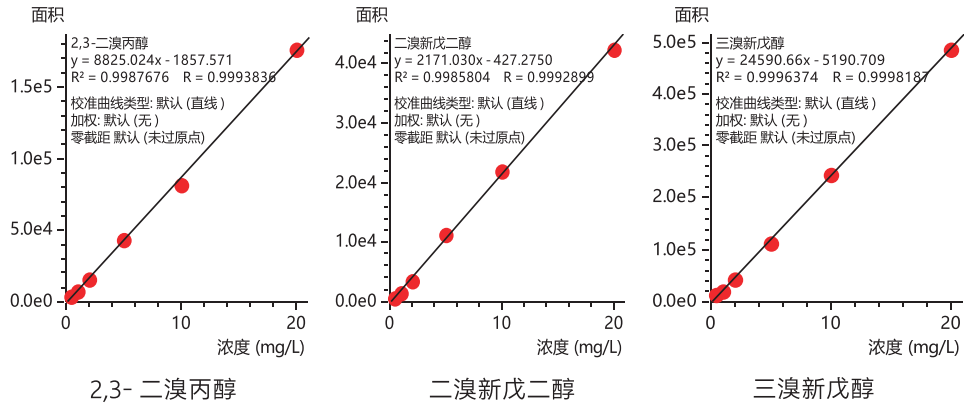


图 4 3 种化合物标准曲线图

表 2 3 种化合物标准曲线相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)
1	2,3- 二溴丙醇	0.9994	0.011
2	二溴新戊二醇	0.9993	0.025
3	三溴新戊醇	0.9998	0.006

### 3.3 重复性测试

取 1.0 mg/L 的混合标准溶液，连续进样 6 针，考察重复性。具体结果见表 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	2,3- 二溴丙醇	7943	7919	7470	7757	7421	7563	2.95
2	二溴新戊二醇	1216	1211	1284	1330	1287	1222	3.89
3	三溴新戊醇	17762	17753	16853	17704	17165	16828	2.59

### 3.4 样品测试及回收率实验

取纺织品样品，按照前述前处理处理，经 GCMS 测定，该样品检测未检出上述 3 种化合物。该样品色谱图如下图所示。

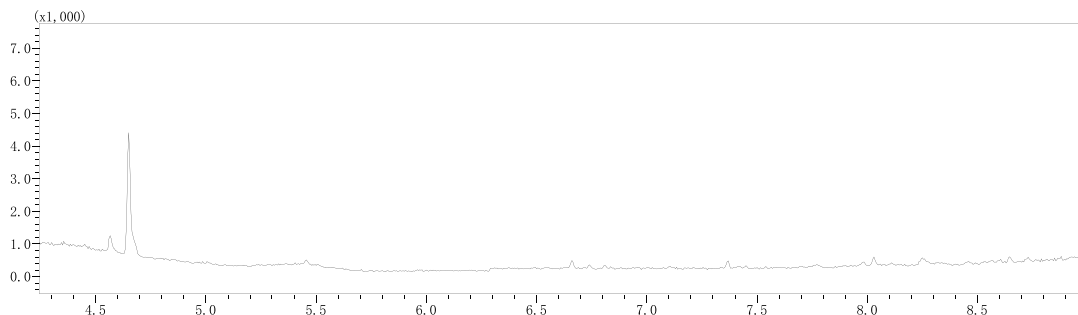


图 5 纺织品样品色谱图

利用该样品进行加标回收实验。添加 2,3- 二溴丙醇、二溴新戊二醇和三溴新戊醇的浓度为 10 mg/kg，平行 3 份，回收率测试结果见表 4。

表 4 回收率结果

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2,3- 二溴丙醇	93.6	2.55%
2	二溴新戊二醇	86.7	3.26%
3	三溴新戊醇	88.3	3.48%

## ■ 结论

本文采用溶剂超声萃取，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中一种阻燃剂中间体（2,3-二溴丙醇）和两种阻燃剂（二溴新戊二醇、三溴新戊醇）含量的检测方法。在 0.5~20 mg/L 浓度范围内，3 种化合物线性关系良好，相关系数均在 0.999 以上。取 1.0 mg/L 的标准溶液，连续 6 针，考察重复性，3 种化合物峰面积 RSD 均小于 5%。加标回收实验中，3 种化合物平均回收率均在 85% 以上。该方法操作简便，能有效地检测纺织品中 2,3- 二溴丙醇、二溴新戊二醇和三溴新戊醇含量。可为相关检测人员提供参考。

岛津应用云

