

纺织品中烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚含量测定

LC-319

摘要: 本文参照 GB/T 23322-2018, 使用液相色谱仪建立了纺织品中烷基酚 (AP) 和烷基酚聚氧乙烯醚 ((AP_nEO)) 含量的分析方法, 并对方法的线性、重现性及加标回收率进行了考察。结果显示, 烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚在 1~100 µg/mL 内线性关系良好; 对照品溶液连续进 6 针, 保留时间和峰面积的 RSD% 均小于 1%, 重复性好, 稳定性强; 对样品进行加标, 加标浓度分别 2.2、3.0、3.6 µg/g, 回收率为 80%~110%。方法的线性、重现性及加标回收率符合标准要求, 可为纺织品中烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚含量测定提供参考。

关键词: 液相色谱法 纺织品 表面活性剂

烷基酚聚氧乙烯醚 (AP_nEO, n=2~16) 广泛应用于纺织工业中, 而其中大部分又通过各种途径最终进入水环境中。(AP_nEO, n=2~16) 性质稳定, 在环境中降解缓慢, 易聚集而产生毒性, 其降解产物烷基酚 (AP) 在环境中持久性更强, 毒性更大, 其中部分代谢产物有类环境激素性质, 易扰乱野生生物和人类的内分泌功能, 因而遭到多个国家和组织的禁用和限用。

本文采用反相高效液相色谱法测定纺织品中烷基酚 (AP) 和烷基酚聚氧乙烯醚 (AP_nEO, n=2~16) 的含量, 其中烷基酚 (AP) 包括辛基酚 (OP) 和壬基酚 (NP), 烷基酚聚氧乙烯醚 (AP_nEO, n=2~16) 包括辛基酚聚氧乙烯醚 (OP_nEO, n=2~16) 和壬基酚聚氧乙烯醚 (NP_nEO, n=2~16), 操作性和实用性强, 可供相关检测参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 LC-16 液相色谱仪, 配置信息如下:

系统控制器: CBM-20Alite	自动进样器: SIL-16
柱温箱: CTO-16L	输液泵: LC-16
脱气机: DGU-20A	检测器: SPD-16

1.2 分析条件

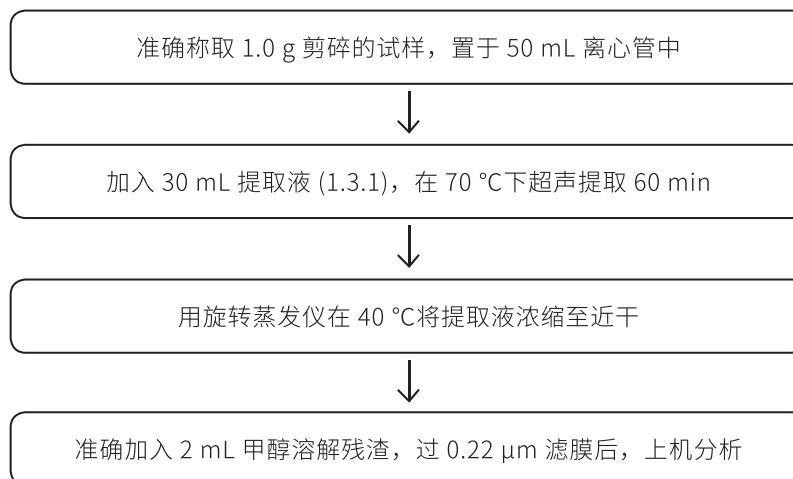
色谱柱: Shim-pack VP-ODS 250 mm x 4.6 mm I.D., 5 µm
岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N: 228-34937-92
流动相: 甲醇 - 水 - 乙腈 (81+13+6, 体积比)
流速: 1.0 mL/min 运行时间: 20 min
进样量: 10 µL 检测波长: 230 nm

1.3 溶液配制

1.3.1 试剂

提取液: 甲醇

1.3.2 样品前处理



■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚色谱图如图 1 所示，相关化合物信息见表 1。

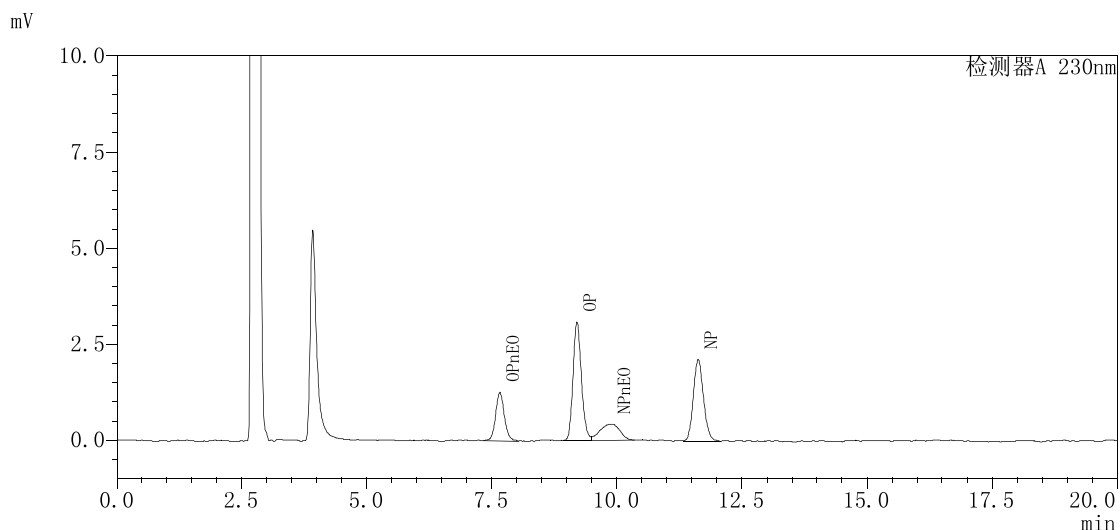


图 1 标准溶液 (2 μg/mL) 色谱图

表 1 标准溶液中烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚化合物信息

No.	化合物	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	OP _n EO	辛基酚聚氧乙烯醚	octylphenol ethoxylate	9002-93-1	7.662
2	OP	辛基酚	4-tert-Octylphenol	140-66-9	9.202
3	NP _n EO	壬基酚聚氧乙烯醚	Nonylphenoxypoly(ethyleneoxy)ethanol	9016-45-9	9.891
4	NP	壬基酚	Nonylphenol	25154-52-3	11.624

2.2 校准曲线和检出限

以甲醇为溶剂，分别配制 1、2、10、20、50、100 μg/mL 系列浓度的标准曲线溶液。按“1.2 分析条件”进行测定，使用外标法定量。以峰面积为纵坐标，对应的标准工作溶液浓度为横坐标，绘制校准曲线，如图 2 所示。校准曲线线性关系良好，相关系数大于 0.9999。根据 1 μg/mL 标准溶液信噪比计算仪器检出限和定量限，具体线性相关系数、标准工作溶液准确度及仪器检出限和定量限如表 2 所示。

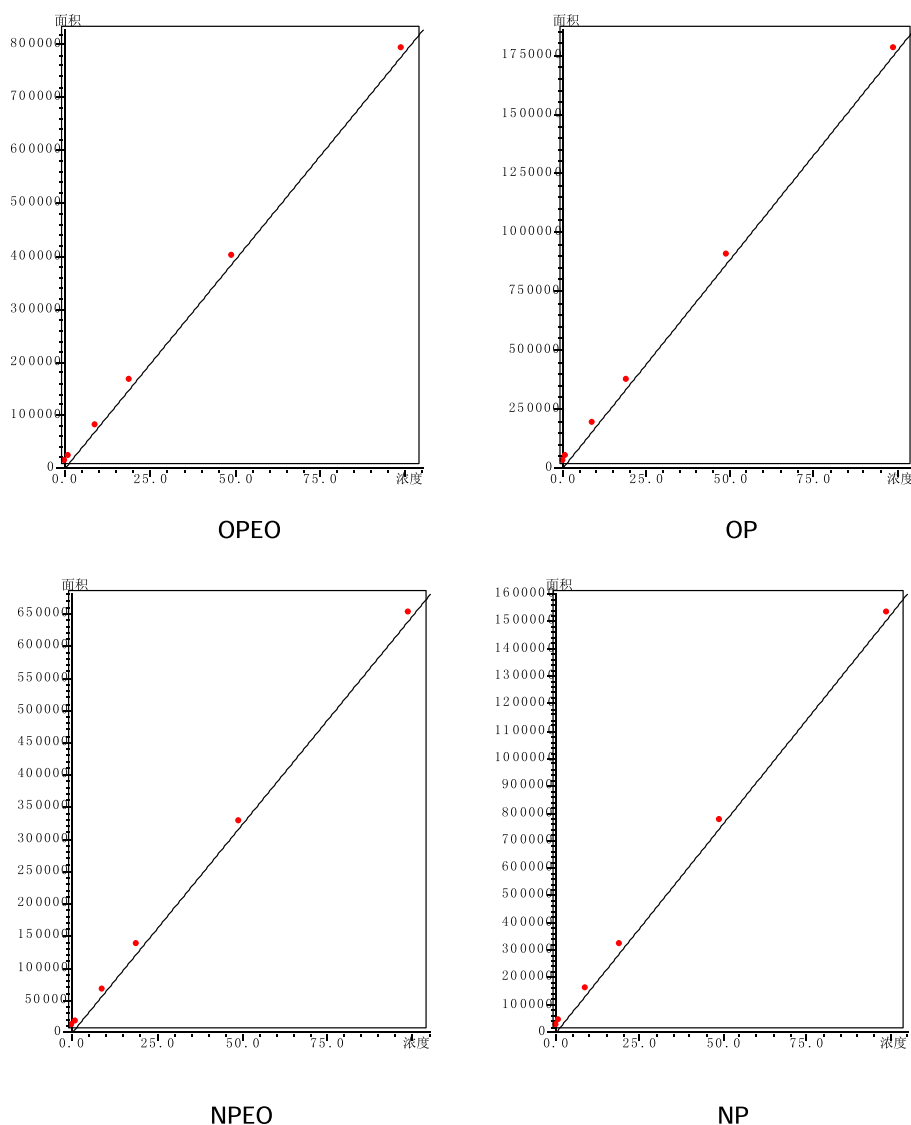


图 2 校准曲线

表 2 校准曲线及相关参数

No.	化合物	线性方程	相关系数 (r)	准确度 (%)	检出限 (μg/g)	定量限 (μg/g)
1	OP _n EO	$Y = 7570.14 X + 187.273$	0.9999	96.8-101.1	0.249	0.832
2	OP	$Y = 17588.5 X + 2151.22$	0.9999	84.1-101.7	0.102	0.341
3	NP _n EO	$Y = 6310.25 X - 141.243$	0.9999	96.2-106.0	0.665	2.217
4	NP	$Y = 15141.2 X + 1007.99$	0.9999	88.0-101.5	0.147	0.490

2.3 精密度

采用 2 μg/mL 标准工作溶液连续测定 6 次, 考察仪器的精密度, 保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。结果显示: 目标物保留时间相对标准偏差不大于 0.25%, 峰面积的相对标准偏差在 0.3~0.9% 之间, 显示仪器精密度良好。

表3 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

No.	目标物名称	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)
1	OP _n EO	0.026	0.532
2	OP	0.009	0.345
3	NP _n EO	0.219	0.713
4	NP	0.013	0.885

2.4 加标回收率

分析某纺织品样品, 得到色谱图如图3所示。对实际样品加标, 加标浓度分别 2.2、3.0、3.6 μg/g。实际样品中烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚浓度及加标回收率见表4。

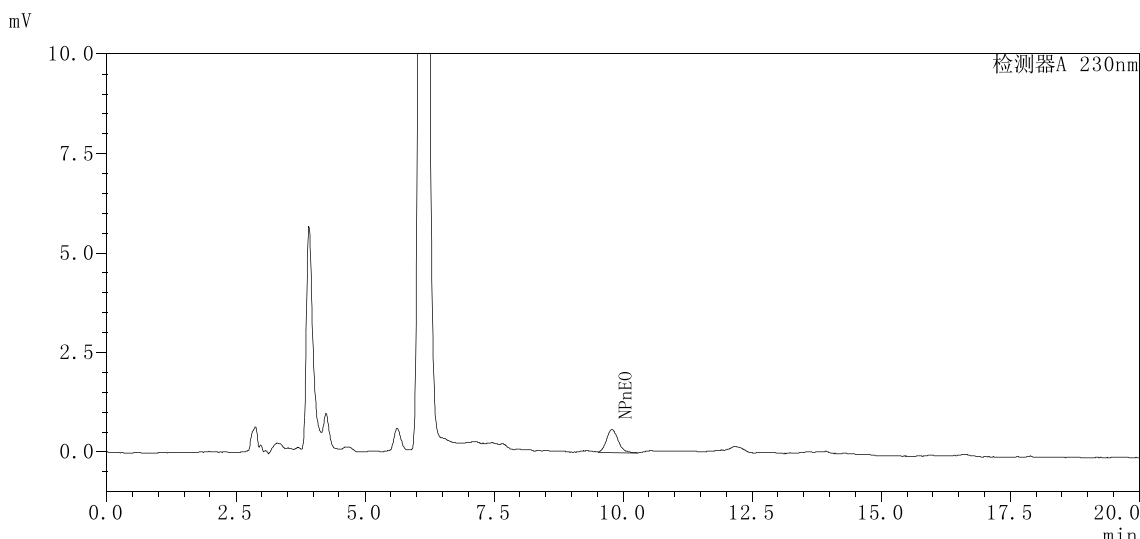


图3 纺织品样品色谱图

表4 加标回收率结果

No.	目标物	含量 (μg/g)	添加浓度 2.2 μg/g		添加浓度 3.0 μg/g		添加浓度 3.6 μg/g	
			结果 (μg/g)	回收率 (%)	结果 (μg/g)	回收率 (%)	结果 (μg/g)	回收率 (%)
1	OP _n EO	N.D.	1.840	83.64	2.558	85.27	3.486	96.83
2	OP	N.D.	1.842	83.73	2.684	89.47	3.646	101.28
3	NP _n EO	2.964	4.970	91.18	5.614	88.33	6.860	108.22
4	NP	N.D.	1.880	85.45	2.628	87.60	3.614	100.39

备注: N.D. 表示未检出

结论

本文建立了纺织品中4种烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚含量测定的方法, 分析结果表明: 在 1-100 μg/mL 浓度范围内, 各化合物线性相关系数均在 0.9999 以上, 线性良好。2 μg/mL 标准溶液重复分析 6 次, 保留时间和峰面积相对标准偏差均小于 1%, 重复性良好。对实际样品进行不同浓度加标, 加标浓度分别 2.2、3.0、3.6 μg/g, 加标回收率为 80%~110%。该方法灵敏度高、重复性好, 可用于纺织品中烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚含量的检测。

岛津应用云

