

# GC-MS/MS 法测定纺织品中短链氯化石蜡

## GCMSMS-240

**摘要：**本文参考 GB/T 40263-2021《纺织品 短链氯化石蜡的测定》，采用溶剂超声提取法，萃取纺织品中的短链氯化石蜡（SCCPs），利用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX 进行检测。在 10~50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，SCCPs 线性相关系数为 0.997。取浓度为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液，连续 6 次进样，SCCPs 峰面积重复性结果小于 2%。加标回收率在 102.46~108.64% 之间。该方法完全满足检测分析的要求。

**关键词：**三重四极杆气质联用仪 纺织品 短链氯化石蜡

氯化石蜡（Chlorinated paraffins, CPs）是正构烷烃的氯取代产物，成分十分复杂，包含了上千种异构体和同系物。根据碳链长度的不同，氯化石蜡可以分为短链氯化石蜡（ $\text{C}_{10}\text{-C}_{13}$ , SCCPs）、中链氯化石蜡（ $\text{C}_{14}\text{-C}_{17}$ , MCCPs）、长链氯化石蜡（ $\text{C}_{18}\text{-C}_{30}$ , LCCPs），根据氯取代程度的不同还可以进行进一步分类。

氯化石蜡具有低挥发性、高阻燃性和绝缘性等特点，因此可在纺织品生产行业中用作阻燃剂添加。与此同时，作为一种多卤代化合物氯化石蜡性质非常稳定，在自然环境中极难降解，且可以通过水体和大气实现长距离迁移。

已有研究表明，氯化石蜡对水生生物的毒性较强，且短链氯化石蜡（SCCPs）毒性为最强，因此，SCCPs

尤其受关注。自 80 年代开始，欧盟、日本和北美等发达经济体陆续发布了 SCCPs 的生产禁令。1991 年，国际癌症研究所将 SCCPs 列为 2B 类致癌物质，这也是 SCCPs 首次被列为人体健康危害物质；2011 年，生态纺织品国际认证组织发布了新版 Oeko-Tex 100 标准，将 SCCPs 列为管控物质；2017 年，短链氯化石蜡被列入斯德哥尔摩公约，成为全人类关注的持久性污染物质；

我国发布了 GB/T 40263-2021《纺织品 短链氯化石蜡的测定》检测标准，于 2021 年 12 月正式实施。

本文参考新版国标，采用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX，建立了纺织品中短链氯化石蜡的检测方法，结果表明，本方法线性、灵敏度、重复性和加标回收率等指标均良好。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX

### 1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5 Sil MS, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱温程序：90 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)\_25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_150 $^{\circ}\text{C}$ \_8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_300 $^{\circ}\text{C}$  (15 min)

进样口温度：300 $^{\circ}\text{C}$

载气控制方式：线速度 (37.7 cm/s)

进样方式：不分流进样

进样量：1  $\mu\text{L}$

离子化方式：EI

离子源温度：280 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度：300 $^{\circ}\text{C}$

采集模式：MRM，离子对信息见表 1。

## ■ 样品前处理



图 1 前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品图谱

将氯含量为 51.5%、55.5% 和 63.0% 的三种短链氯化石蜡标准溶液，根据标准要求，等比例混合后得到短链氯化石蜡标准溶液。经测定，SCCPs 标准溶液质量色谱图如图 1 所示，化合物信息见表 1。

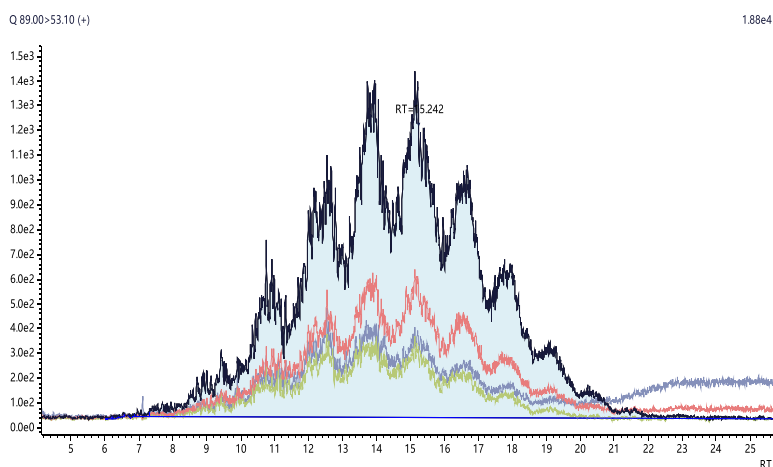


图 2 SCCPs 标准溶液质量色谱图 (10 µg/mL)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	CAS 号	保留时间 (min)	前体离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	碰撞能量 (V)
1	短链氯化石蜡 (C <sub>10</sub> -C <sub>13</sub> )	SCCPs	85535-84-8	15.243	89.0*	53.1*	11
					115.0	79.0	11
					103.0	67.1	5
					103.0	74.9	11
					91.0	65.0	20

\* 为定量离子对

### 3.2 标准曲线及化合物检出限

以正己烷溶剂，配制 SCCPs 标准系列溶液，浓度为 10、20、30、40、50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。以标准曲线最低浓度点的色谱峰信噪比的三倍，计算仪器检出限。标准曲线信息及检出限见表 2。

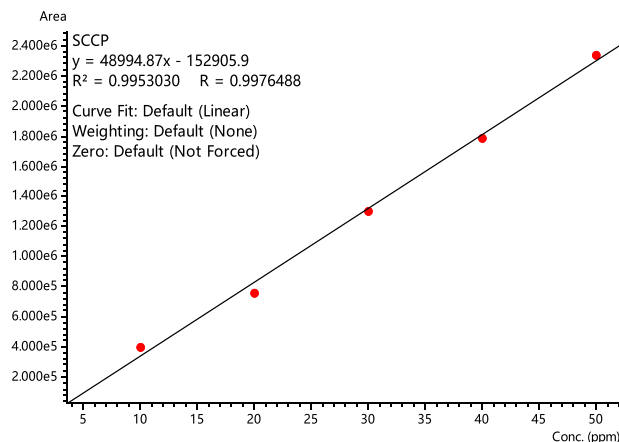


图 3 SCCPs 标准曲线

表 2 标准曲线信息及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数	浓度范围 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
1	SCCPs	0.9976	10~50	0.56

### 3.3 重复性测试

取浓度为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  SCCPs 标准溶液，连续进样 6 针，考察仪器重复性，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	SCCPs	697714	716132	697748	722125	705988	713451	1.4

### 3.4 加标回收率测试

称取棉质、纤维质和麻质样品各 1.0 g，按照 10.0  $\text{mg}/\text{kg}$  水平加入 SCCPs 标准溶液，静置 30 min，待标液充分吸收后前处理提取上机，测定 SCCPs 含量。平行实验 3 次，根据平均结果计算回收率。

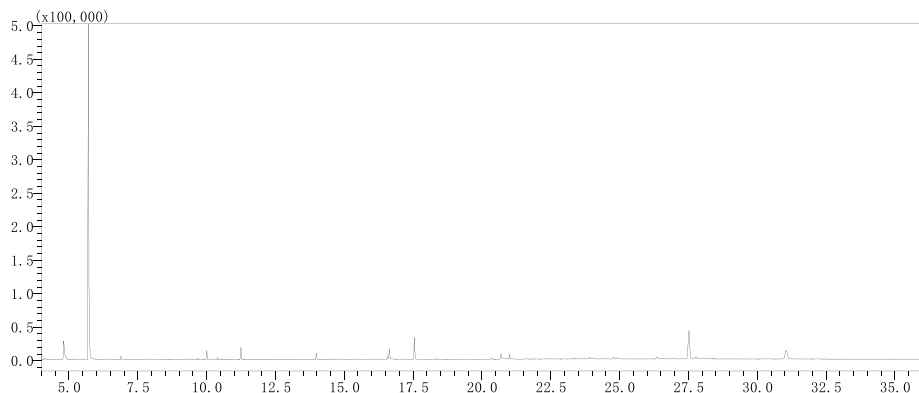


图 4 棉质样品色谱图

表 4 回收率结果

No.	样品类型	样品结果 (mg/kg)	样品实测浓度 (mg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	棉质样品	N.D.	10.81	10.61	11.16	108.6
2	纤维质样品	N.D.	10.16	10.64	9.94	102.5
3	麻质样品	N.D.	11.07	10.67	10.74	108.3

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文采用岛津 GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气质联用仪，建立了纺织样品中短链氯化石蜡的检测方法。在 10~50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，SCCPs 线性相关系数为 0.997。取 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  SCCPs 标准溶液，连续 6 次进样，峰面积 RSD 值在 2% 以下；代表性样品加标回收率在 102.46%~108.64% 之间。该方法完全满足日常定量分析的要求，可作为纺织品中短链氯化石蜡含量检测之参考。

岛津应用云

