

GCMS 法测定家具材料用纺织品中 18 种多环芳烃含量

GCMS-395

摘要： 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪建立了家具材料用纺织品中 18 种 PAHs 的检测方法。在 5~500 ng/mL 浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数均达到 0.999 以上，方法检出限在 0.01~0.53 ng/mL。取浓度为 5 ng/mL 标准品溶液进行重复性测试，各组分峰面积 RSD 均小于 6 %。加标量为 1.0 mg/kg 浓度时加标回收率为 85.6%~107.3%。该方法操作简便，能够有效的测定家具材料用纺织品中 18 种 PAHs 的含量。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 家具材料 纺织品 多环芳烃

多环芳烃 (PAHs) 是一种由二至七个不等的苯环所组成的线状、角状或一团状的化学物质，广泛分布于环境中，其数量大、种类多，对人体危害极大，数种 PAHs 已被鉴定出具有较强的致癌、致畸和致突变作用，其中苯并 [a] 芘是 PAHs 中毒性最大的一种强致癌物质。PAHs 并非被蓄意加入消费品中，而是在制造过程中产生的杂质，其广泛存在于合成材料中。

家具材料种类繁多，涉及纺织品、塑料、橡胶、皮革等多种合成材料，这些材料在生产过程中均有产生 PAHs 的可能。为了营造一个良好的居住环境，保障居住人员的健康，需要对家具材料中 PAHs 进行检测。本文参考国标《家具产品及其材料中禁限用物质测定方法-多环芳烃》送审稿，建立了 GCMS 法检测家具材料用纺织品中 18 种多环芳烃的方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱：InertCap-35 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

柱温程序：50°C (2 min)_10°C/min_200°C_5°C/min_295°C (11 min)

进样方式：不分流

进样口温度：280°C

载气控制方式：色谱柱流量

色谱柱流量：1.2 mL/min

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

接口温度：280°C

采集模式：SIM，离子信息见表 1

1.3 样品前处理

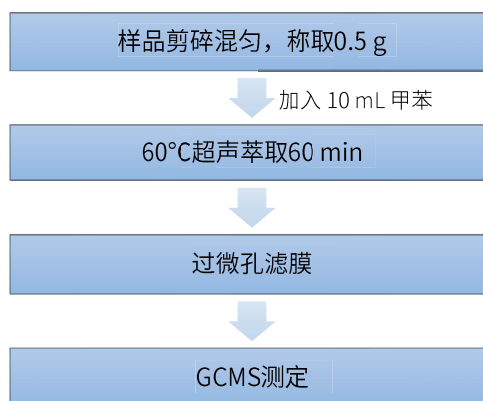


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准色谱图

18 种 PAHs 混合标准溶液色谱图如图 2 所示，各物质组分信息详见表 1，部分 PAHs 质量色谱图见图 3。

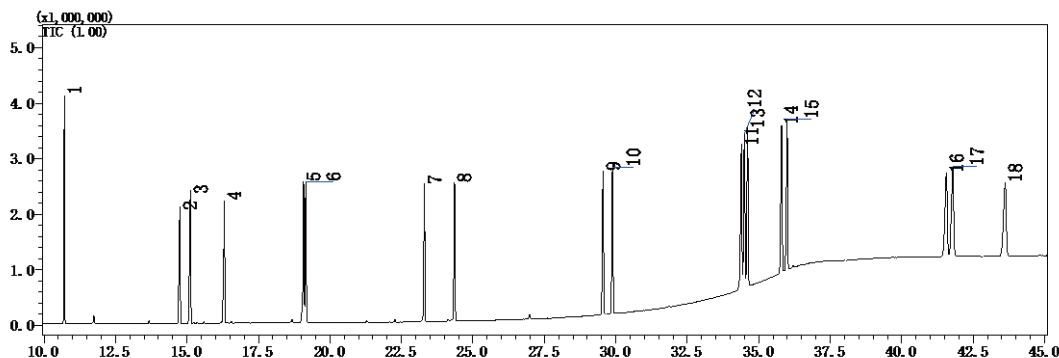


图 2 18 种 PAHs 标准溶液色谱图

表 1 18 种 PAHs 组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	萘	Naphthalene	91-20-3	10.628	128	127,129
2	苊烯	Acenaphthylene	208-96-8	14.650	152	151,153
3	苊	Acenaphthene	83-32-9	15.021	153	154,152
4	芴	Fluorene	86-73-7	16.206	166	165,167
5	菲	Phenanthrene	85-01-8	18.959	178	176,152
6	蒽	Anthracene	120-12-7	19.035	178	176,152
7	荧蒽	Fluoranthene	206-44-0	23.145	202	101,203
8	芘	Pyrene	129-00-0	24.193	202	101,203
9	苯并 [a] 蒽	Benz[a]anthracene	56-55-3	29.359	228	226,229
10	蒽	Chrysene	218-01-9	29.691	228	226,229
11	苯并 [b] 荧蒽	Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	34.172	252	126,250
12	苯并 [k] 荧蒽	Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	34.275	252	126,250
13	苯并 [j] 荧蒽	Benzo[j]fluoranthene	205-82-3	34.389	252	126,250
14	苯并 [a] 芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8	35.580	252	126,250
15	苯并 [e] 芘	Benzo[e]pyrene	192-97-2	35.772	252	126,250
16	茚并 [1,2,3-cd] 芘	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	41.172	276	138,277
17	二苯并 [a,h] 蒽	Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3	41.400	278	279,139
18	苯并 [g,h,i] 芘	Benzo[ghi]perylene	191-24-2	43.158	276	138,277

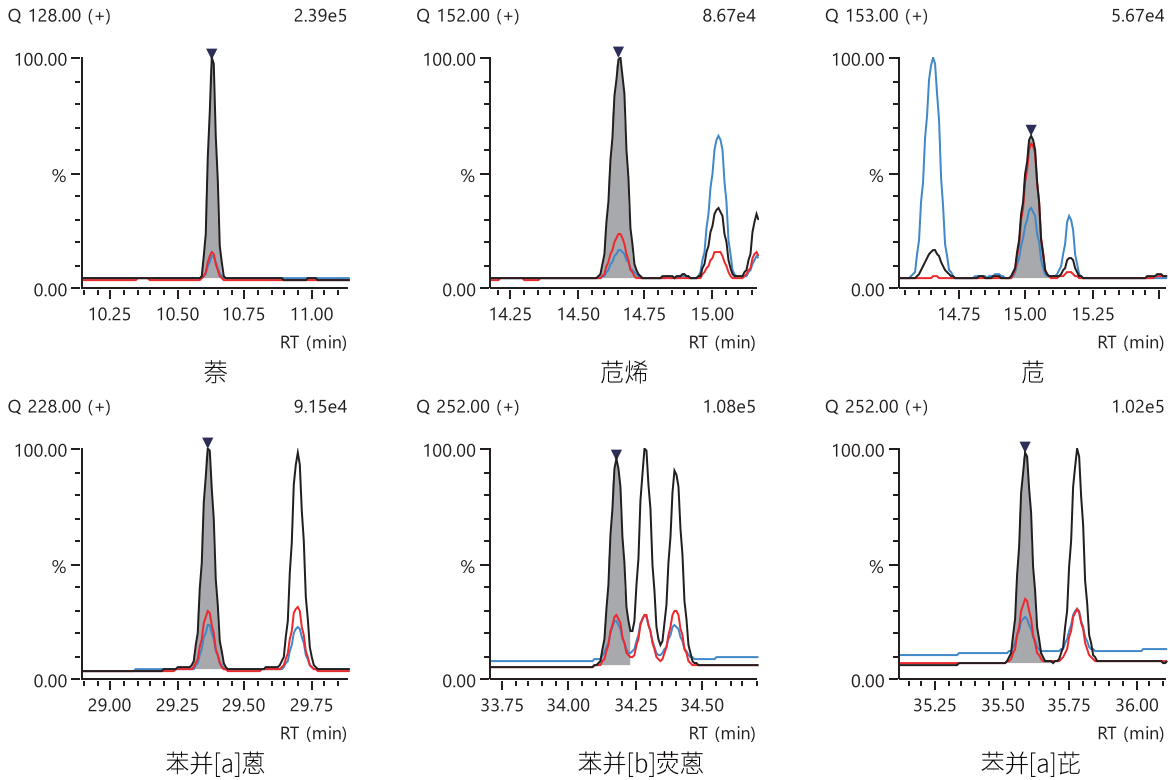
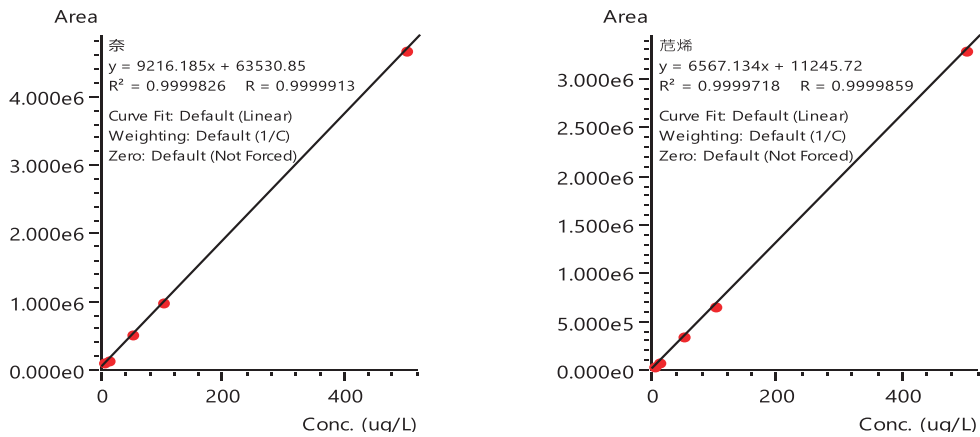


图3 部分组分质量色谱图

2.2 标准曲线

分别配制 5、10、50、100 和 500 ng/mL 的 PAHs 混合标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线，部分 PAHs 标准曲线见图 4。



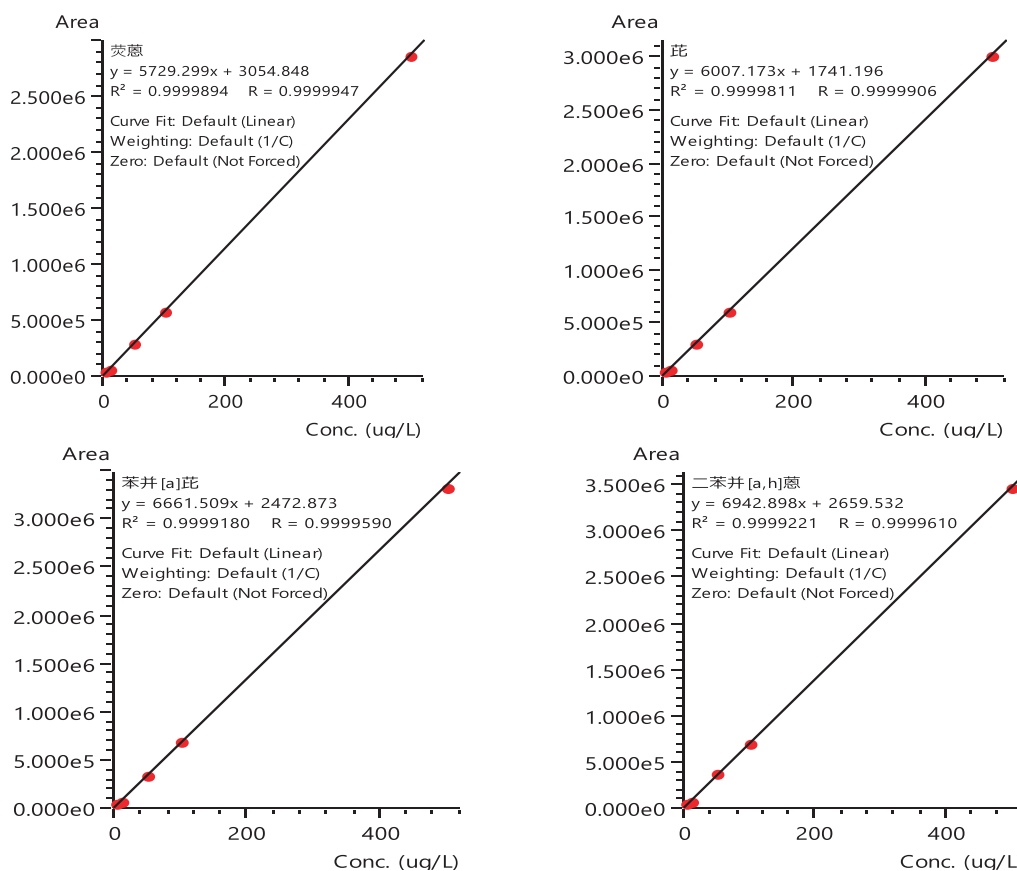


图4 部分组分标准曲线

2.3 重复性及检出限

取浓度为 5 ng/mL 的 PAHs 混合标准溶液连续进样 6 针，考察仪器重复性，各组分峰面积 RSD % 见表 2。以 5 ng/mL 的 PAHs 混合标准溶液测定结果计算检出限 (S/N=3)，检出限结果见表 2。

表 2 18 种 PAHs 相关系数、重复性结果及检出限

No.	组分名称	相关系数 (R)	峰面积 RSD%(n=6)	检出限 (ng/mL)
1	萘	0.9999	2.4	0.01
2	蒽烯	0.9999	3.0	0.17
3	蒽	0.9999	2.7	0.19
4	芴	0.9999	2.1	0.53
5	菲	0.9997	2.6	0.01
6	葱	0.9998	5.6	0.01
7	荧蒽	0.9999	4.4	0.01
8	芘	0.9999	2.9	0.01
9	苯并[a]葱	0.9999	3.6	0.02
10	蒽	0.9999	2.9	0.05
11	苯并[b]荧蒽	0.9999	2.2	0.05

12	苯并 [k] 荧蒽	0.9999	3.1	0.05
13	苯并 [j] 荧蒽	0.9999	2.4	0.06
14	苯并 [a] 芘	0.9999	2.2	0.13
15	苯并 [e] 芘	0.9999	1.8	0.09
16	茚并 [1,2,3-cd] 芘	0.9999	2.0	0.07
17	二苯并 [a,h] 蒽	0.9999	4.2	0.12
18	苯并 [g,h,i] 花	0.9999	2.8	0.04

2.4 加标回收率

在空白家具材料用纺织品中添加 PAHs 混标，添加浓度为 1.0 mg/kg，按照 1.3 平行处理 3 份，18 种 PAHs 加标平均回收率及 RSD % 结果见表 3。

表 3 18 种 PAHs 加标回收率

No.	组分名称	平均回收率 (%)	RSD (%)	No.	组分名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	萘	91.9	3.7	10	蒽	98.3	4.2
2	萘烯	96.1	3.3	11	苯并 [b] 荧蒽	97.0	4.1
3	芴	97.7	3.2	12	苯并 [k] 荧蒽	95.9	4.1
4	芴	95.4	3.2	13	苯并 [j] 荧蒽	96.1	4.5
5	菲	85.6	2.8	14	苯并 [a] 芘	95.6	4.8
6	蒽	107.3	5.5	15	苯并 [e] 芘	93.6	4.7
7	荧蒽	100.3	3.7	16	茚并 [1,2,3-cd] 芘	93.2	4.7
8	芘	92.3	5.4	17	二苯并 [a,h] 蒽	95.1	4.8
9	苯并 [a] 蒽	99.3	4.4	18	苯并 [g,h,i] 花	93.1	5.6

2.5 样品测试

某市售沙发靠垫上剪取 1 块纺织品，按照 1.3 进行样品前处理。样品色谱图如图 5 所示，样品测定结果见表 4。

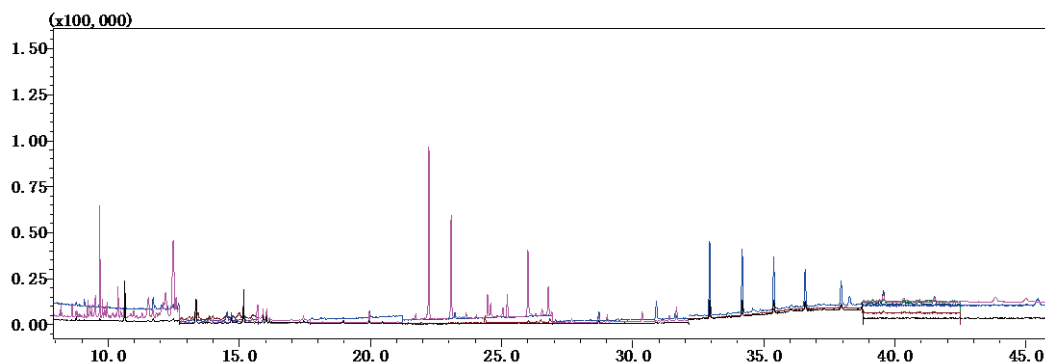


图 5 样品色谱图

表 4 样品中 18 种 PAHs 含量 (µg/kg)

No.	组分名称	浓度	No.	组分名称	浓度
1	萘	31.8	10	蒽	N.D.
2	芴烯	N.D.	11	苯并 [b] 荧蒹	N.D.
3	芴	N.D.	12	苯并 [k] 荧蒹	N.D.
4	芴	N.D.	13	苯并 [j] 荧蒹	N.D.
5	菲	N.D.	14	苯并 [a] 芘	N.D.
6	蒽	N.D.	15	苯并 [e] 芘	N.D.
7	荧蒹	N.D.	16	茚并 [1,2,3-cd] 芘	N.D.
8	芘	N.D.	17	二苯并 [a,h] 蒽	N.D.
9	苯并 [a] 蒽	N.D.	18	苯并 [g,h,i] 芘	N.D.

注: N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪测定家具材料用纺织品中 18 种 PAHs 含量, 在 5~500 ng/mL 浓度范围内标准曲线线性良好, 相关系数均在 0.999 以上, 取浓度为 5 ng/mL 标准品溶液进行重复性测试, 18 种 PAHs 组分峰面积 RSD 均小于 5.7%。表明方法的精密度良好。该方法操作简单、灵敏度高、定量数据准确可靠, 可以用于家具材料用纺织品中 PAHs 含量的测定。

岛津应用云

