

GCMS 结合负化学电离源 (NCI) 测定皮革中短链氯化石蜡含量

GCMS-599

摘要： 本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，结合负化学电离源 (NCI)，建立了皮革中短链氯化石蜡的检测方法。在 0~50 mg/L 浓度范围内，短链氯化石蜡相关系数为 0.9996；取浓度为 5 mg/L 的标准溶液连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差均小于 6%，精密度良好。本方法操作简单，分析速度快，适用于皮革中短链氯化石蜡的检测。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 皮革 短链氯化石蜡 负化学源

技术特点：

- ❖ 使用负化学电离模式测试皮革中的短链氯化石蜡，灵敏度高。
- ❖ 使用组校准功能可将不同碳数的氯化石蜡分组后综合计算。

短链氯化石蜡是一种链长 C10 至 C13 的直链氯化碳氢化合物，具有热稳定性、阻燃性、相容性、可变的黏性等性质，通常被用作润滑剂、阻燃剂、增塑剂，也常用于合成橡胶、油漆、密封剂、电缆的添加剂，皮革、毛皮和纺织品的处理剂等。

短链氯化石蜡对水生生物具有很强的毒性，对人类和动物有生物具有蓄积性，对环境影响具有持

久性，因此被联合国确定为持久性有机污染物。

本文参考 GB/T 38405-2019 《皮革和毛皮 化学试验 短链氯化石蜡的测定》，使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，结合 NCI 源，建立了皮革中短链氯化石蜡的测定方法。实验结果表明，该方法线性及重复性好，可用于皮革中短链氯化石蜡的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX (配 NCI 离子源)

1.2 分析条件

色谱柱：	SH-I-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm	色谱柱流量：	1 mL/min
柱温程序：	120°C (5 min)_12°C /min_300°C (5 min)	离子源温度：	200°C
进样口温度：	250°C	采集模式：	Scan, 具体化合物信息见表 1
进样方式：	不分流进样	接口温度：	280°C
进样量：	1 μL		
载气控制方式：	恒流量		
反应气：	甲烷, 0.28 MPa		

■ 样品前处理

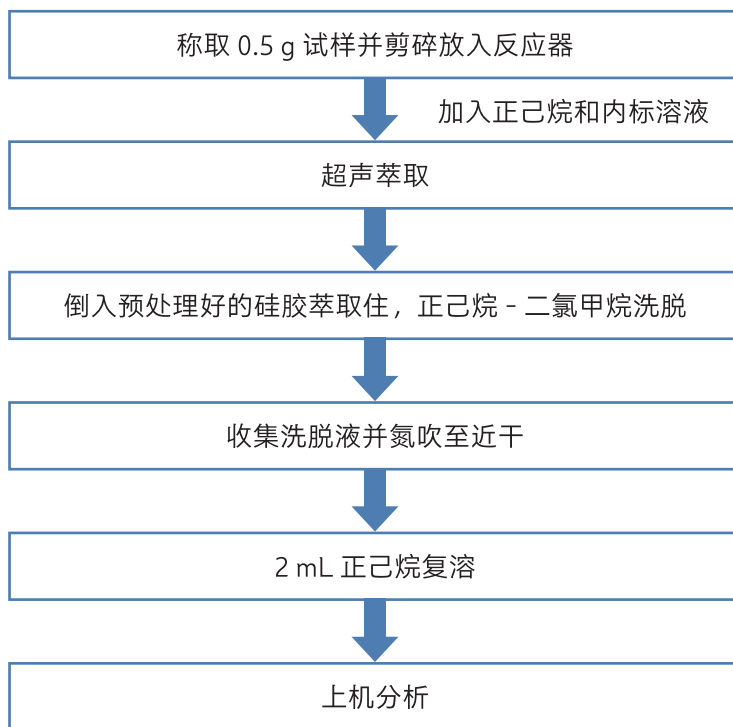


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

标准品色谱图和化合物信息分别见图 2 和表 1。

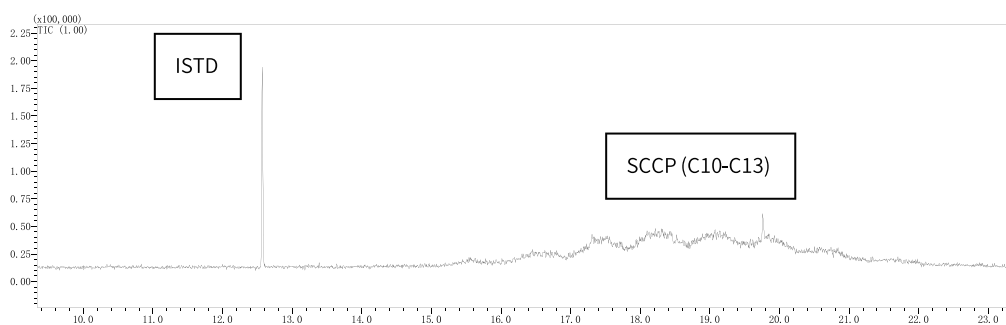


图 2 短链氯化石蜡标准品 TIC 图 (浓度 5 mg/L)

表 1 化合物信息

No.	中文名称	英文名称	平均保留时间(min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	γ -六六六 (ISTD)	Lindane	12.570	325	327, 255
2	短链氯化石蜡 (C10-C13)	SCCP (C10-C13)	17.783	347	349
				361	363
				375	377
				389	391

3.2 标准曲线、检测限及重复性

精确移取 533 μL 氯含量 55.5% 的 SCCP (C10-C13) 标液和 467 μL 氯含量 63% 的 SCCP (C10-C13) 标液于 2 mL 容量瓶中，正己烷定容至刻度，配制成氯含量为 59% 的 SCCP 储备溶液。用正己烷稀释，配制浓度为 0、5、10、20、50 mg/L 的系列标准工作液。各浓度点含内标物浓度均为 10 mg/L。以 C10-C13 浓度总和与内标的浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标进行线性拟合，制作组校准标准曲线，标准曲线见图 3，SCCP (C10-C13) 的质量色谱图见图 4，线性相关系数见表 2。

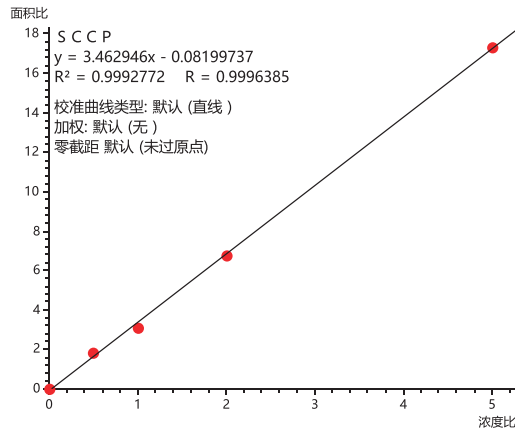


图 3 SCCP (C10-C13) 标准曲线

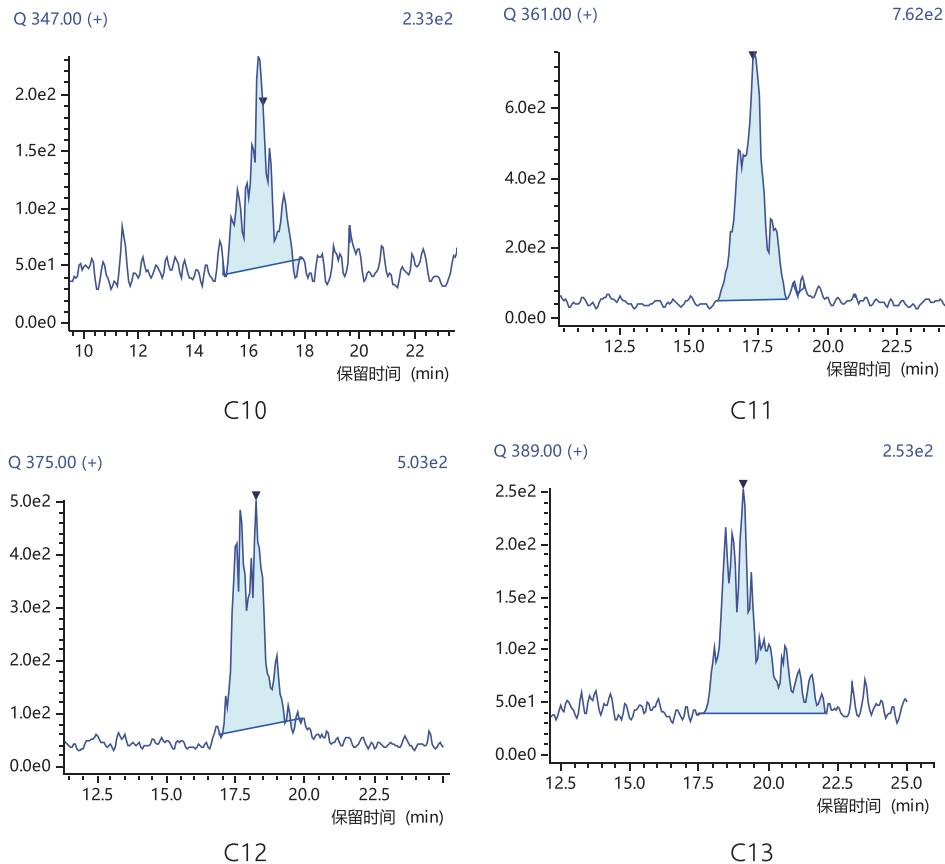


图 4 SCCP (C10-C13) 质量色谱图 (5 mg/L)

根据 5 mg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算短链氯化石蜡的仪器检出限。取 5 mg/L 标准溶液，连续进样 6 次，以考察仪器重复性，具体结果见表 2。

表 2 线性相关系数、仪器检出限、仪器重复性及回收率

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (mg/L)	RSD (%)	平均回收率 (%)
1	SCCP (C10-C13)	0.9996	0.18	5.03	98.2

3.3 实际样品及加标测试

取空白溶液按照步骤 2 进行处理后上机检测，该样品色谱图见图 5。以此空白进行加标测试，加标浓度水平为 40 mg/kg，平行制样三次，平均回收率测试结果见表 2。

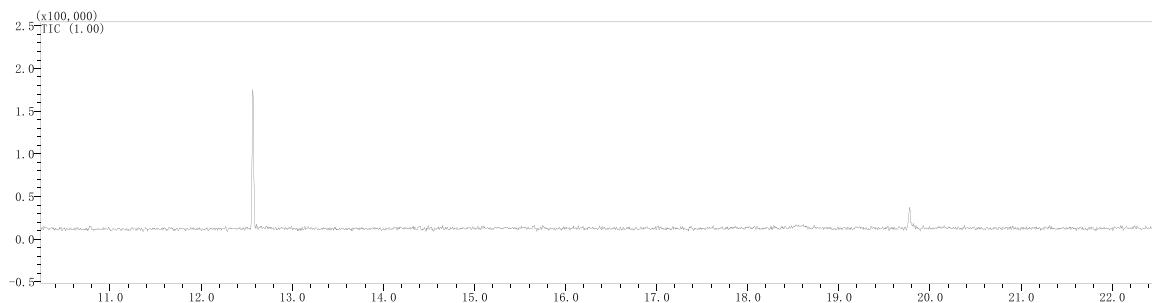


图 5 空白色谱图

■ 结论

本文使用 GCMS-QP2020 NX 结合 NCI 离子源，建立了皮革短链氯化石蜡的分析方法。结果表明，在 0~50 mg/L 的浓度范围内，短链氯化石蜡线性相关系数 R 为 0.9996。取浓度为 5 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，短链氯化石蜡峰面积 RSD 小于 6%，仪器重复性良好。对空白进行加标回收率实验，添加标准品浓度水平为 40 mg/kg，回收率为 98.2%。该方法灵敏度高、重复性好，简单便捷，可用于皮革中短链氯化石蜡含量的测定。

岛津应用云

