

GCMS 法测定纺织品中溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯、戊二醛 3 种高关注度物质含量

GCMS-593

摘要： 本文采用甲醇超声萃取，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛含量的检测方法。在 0.2~5.0 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 0.5 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 3%。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溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛含量。

关键词： GCMS 纺织品 REACH 法规 高关注度物质

技术特点：

- ❖ 样品经超声萃取，前处理简单，可操作性强。
- ❖ 同时检测纺织品中 3 种欧盟 REACH 法规高关注度物质含量。

2-甲氧基乙酸乙酯又称乙酸乙二醇甲醚，主要用于金属、家具喷漆的溶剂，刷涂漆用溶剂；还可用作保护性涂料、染料、树脂、皮革、油墨的溶剂。经研究发现，长期接触 2-甲氧基乙酸乙酯，会引起皮肤疾患、中枢神经系统和肾脏损害。2019 年 7 月，欧洲化学管理局将 2-甲氧基乙酸乙酯列入了高度关注有毒有害物质 SVHC 清单。

溴代正丙烷也称 1-溴丙烷，是一种工业上广泛应用的有机溶剂，可作为原料用于染料、阻燃剂等的生产以及粘胶、涂料的配制。由于其具有神经毒性和生殖毒性，2012 年 12 月，欧洲化学管理局将溴代正丙烷列入了高度关注有毒有害物质 SVHC 清单。

戊二醛是一种常用的纺织品后整理剂，其作用是增强纤维强度，改善手感、防止起毛起球。但过量使用会对人体产生危害，如刺激皮肤、呼吸道黏膜损伤和消化道黏膜损伤，甚至会增加患鼻咽癌、肝癌等疫病风险。2021 年 3 月，欧洲化学管理局也将戊二醛列入了高度关注有毒有害物质 SVHC 清单中。

本文采用甲醇超声萃取，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛含量的检测方法。结果表明，该方法稳定可靠，能有效地检测纺织品中溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛含量。

■ 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：Rtx-624 30 m × 0.25 mm × 1.4 μm

柱温程序：40°C (1 min)_15°C /min_230°C (5 min)

进样方式：分流进样 (分流比 10:1)

离子化方式：EI

进样量：1 μL

离子源温度：200°C

进样口温度：250°C

接口温度：240°C

载气控制方式：色谱柱流量
色谱柱流量：1 mL/min

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV
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。

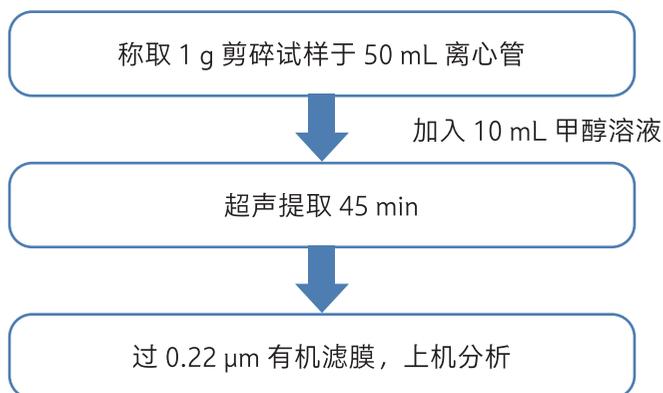


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准色谱图

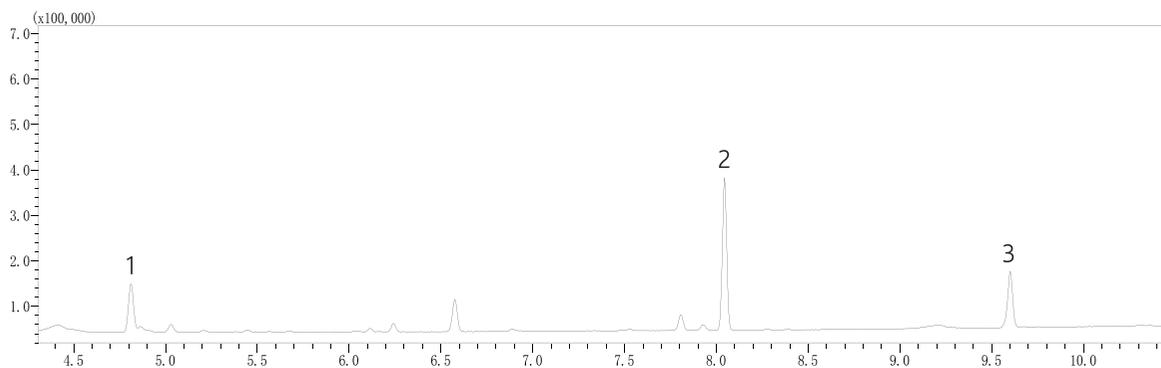


图 2 3 种化合物标准溶液色谱图 (浓度 10 mg/L)

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	溴代正丙烷	1-Bromopropane	106-94-5	4.811	43	122, 124
2	2- 甲氧基乙酸乙酯	2-Methoxyethyl acetate	110-49-6	8.043	43	45, 58
3	戊二醛	Glutaraldehyde	11-30-8	9.599	44	72, 82

3.2 标准曲线及检出限

用甲醇分别配制出 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 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 0.2 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。

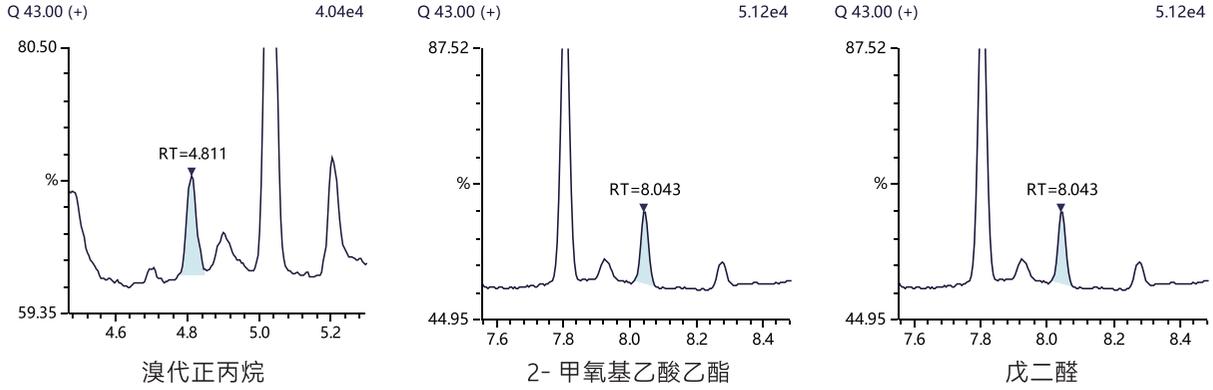


图3 3种化合物质量色谱图(浓度0.2 mg/L)

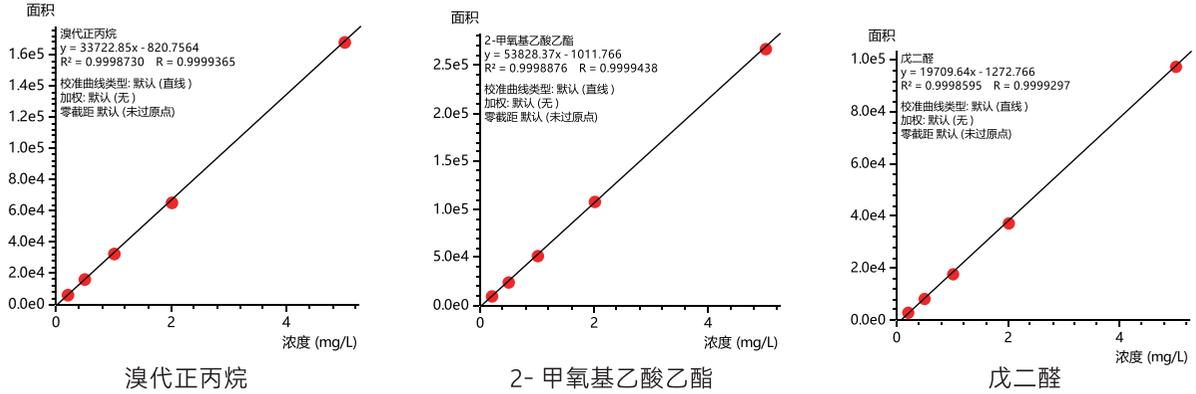


图4 3种化合物标准曲线图

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	溴代正丙烷	0.9999	0.055
2	2- 甲氧基乙酸乙酯	0.9999	0.015
3	戊二醛	0.9999	0.068

3.3 重复性测试

取0.5 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	溴代正丙烷	13770	13793	13502	13437	13163	13261	1.91
2	2- 甲氧基乙酸乙酯	23446	23739	22452	23427	23150	23355	1.89
3	戊二醛	8413	8877	8213	8385	8565	8777	2.95

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。

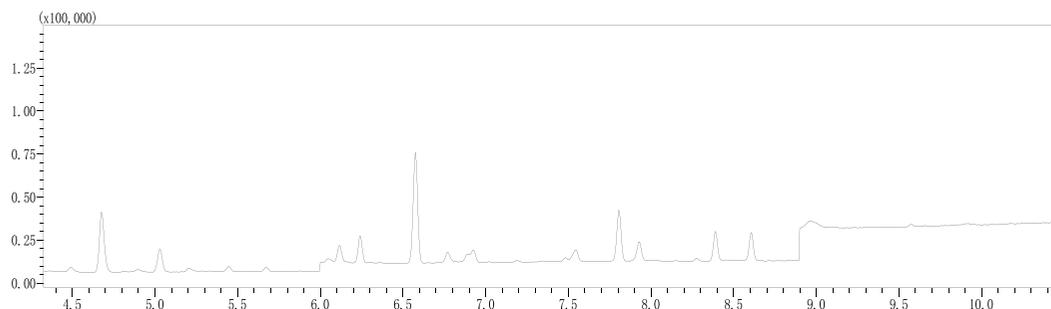


图 4 纺织品样品色谱图

利用该样品进行加标回收实验。添加溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛的浓度为 5.0 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	溴代正丙烷	91.67	4.75
2	2-甲氧基乙酸乙酯	88.33	4.77
3	戊二醛	89.67	6.12

■ 结论

本文采用甲醇超声萃取，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了纺织品中溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛含量的检测方法。在 0.2~5.0 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 0.5 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 3%。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溴代正丙烷、2-甲氧基乙酸乙酯和戊二醛含量。可为相关检测人员提供参考。

岛津应用云

