

GCMS 法测定纺织品中 8 种全氟化合物含量

GCMS-634

摘要：本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，参考 EN 17681:1-2025 附录 E 和 F，建立了纺织品中 8 种全氟化合物的检测方法。在 10~500 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，8 种全氟化合物相关系数均大于 0.999；取浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 的标准混合溶液连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差均小于 6%，精密度良好。该方法灵敏度高、重复性好，可用于纺织品中全氟化合物的测定。

关键词：气相色谱质谱联用仪 纺织品 全氟化合物

技术特点：

- ❖ 前处理参考标准方法，简单便捷。
- ❖ 使用 SIM 采集方式可提高检测灵敏度，抗干扰能力更强。

全氟和多氟烷基化合物（PFAS）是一类人工化学合成的物质，因其优异的热稳定性、化学稳定性、疏水及疏油特性等，广泛应用于化工、电子、医疗设备、纺织机械、核工业等领域。但其在自然界难降解的特性使其易通过食物链被富集。已有证据表明在生物体内聚集后会对生殖、免疫系统、内分泌系统等产生毒性。因此 PFAS 近年来受到越来越多的关注，目前已有多种 PFAS 被列入《斯德哥尔摩公约》，持续受到国际关注。

关于检测方法，目前主流的 PFAS 检测方法主要以 LCMSMS 为主，能涵盖一大部分的 PFAS 物质，但对于部分挥发性及半挥发性的 PFAS 使用 GCMS 检测更合适。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，参考 EN 17681:1-2025 附录 E 和 F，建立了纺织品中 8 种 PFAS 的检测方法。实验结果表明，该方法线性及重复性良好，可用于纺织品中 PFAS 的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器与软件

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：	Rxi-624Sil MS, 60 m×0.32 mm×1.8 μm	进样量：	1 μL
柱温程序：	50°C (0.5 min)_15°C /min_260°C (7 min)	载气控制方式：	恒线速度
进样口温度：	200°C	接口温度：	250°C
进样方式：	不分流进样	采集方式：	SIM
线速度：	36.3 cm/sec		
离子源温度：	200°C		

■ 样品前处理

称取 1 g 样品剪碎，加入 10 mL 甲醇，水浴超声萃取 120 min，过滤膜后上机测试。

■ 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 1 和表 1。

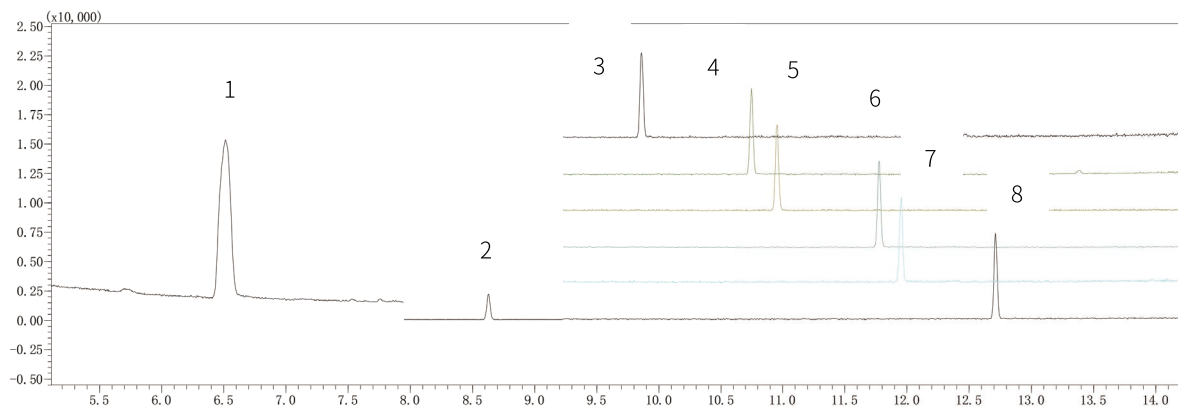


图 1 8 种 PFAS 标准品色谱图（浓度 20 µg/L）

表 1 化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS#	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	十五氟辛酸甲酯	Me-PFOA	376-27-2	6.495	131	69
2	1H,1H- 全氟辛基丙烯酸酯	7:1 FTA	307-98-2	8.629	435	131
3	丙烯酸十三氟辛酯	6:2 FTA	17527-29-6	9.862	418	99
4	2-(全氟己基) 乙基甲基丙烯酸酯	6:2 FTMA	2144-53-8	10.751	432	131
5	全氟辛基乙基丙烯酸酯	8:2 FTA	27905-45-9	10.956	518	99
6	2-(全氟辛基) 乙基甲基丙烯酸酯	8:2 FTMA	1996-88-9	11.778	532	131
7	2- 全氟癸基丙烯酸乙酯	10:2 FTA	17741-60-5	11.954	618	99
8	2-(全氟癸基) 乙基甲基丙烯酸酯	10:2 FTMA	2144-54-9	12.714	632	131

注：Et-PFOA 在溶剂甲醇作用下会变成 Me-PFOA，在报告时需将两者合并计算。

3.2 标准曲线、检测限、重复性及加标测试。

使用甲醇配制浓度为 10、20、50、100、200、500 µg/L 的 PFAS 混合标准品溶液，以浓度作为横坐标，面积作为纵坐标拟合标准曲线。各化合物质量色谱图见图 2，标准曲线见图 3，线性相关系数见表 2。

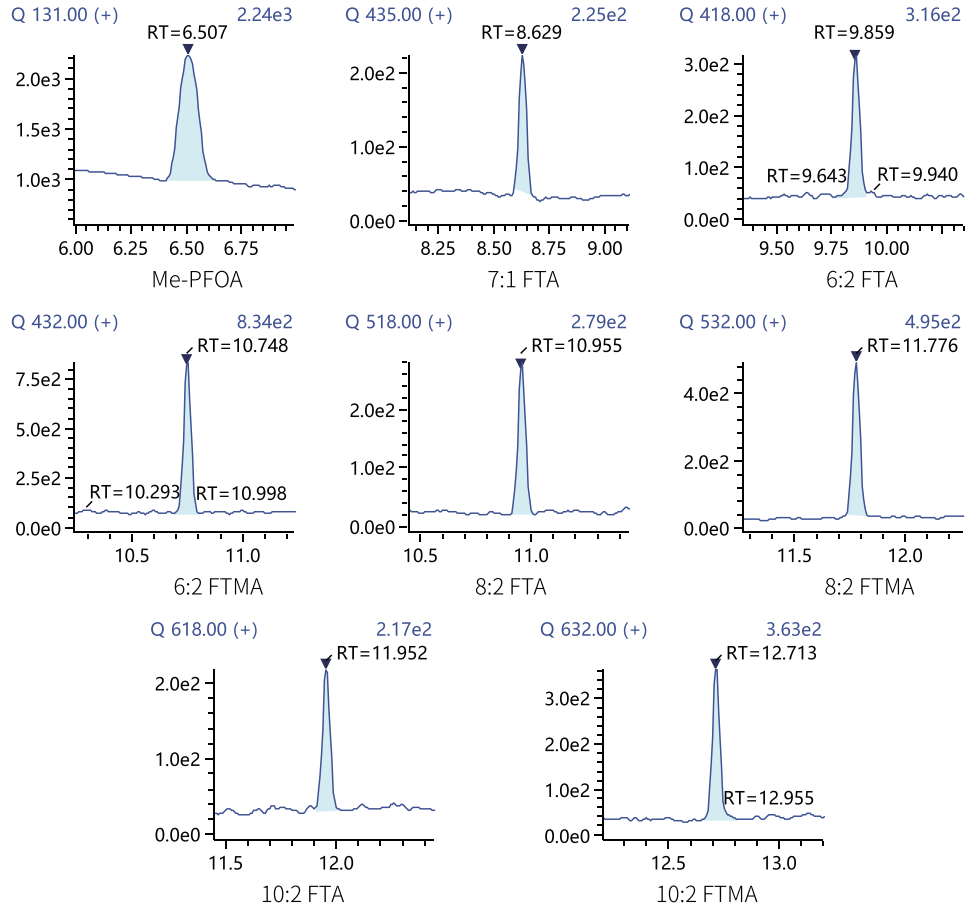
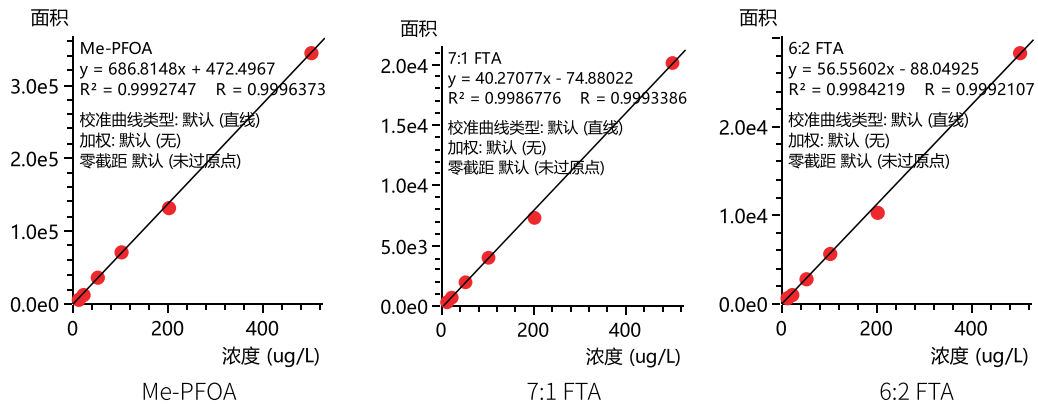


图2 8种PFAS质量色谱图(10 μg/L)



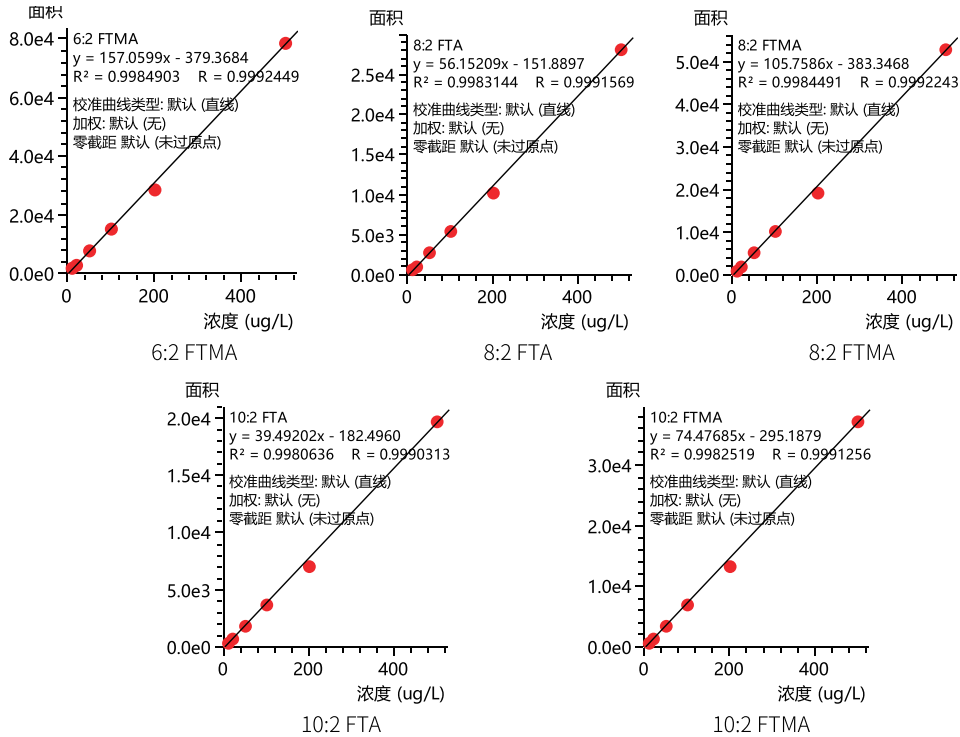


图3 8种PFAS标准曲线

根据 10 μg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限。取 20 μg/L 标准混合溶液，连续进样 6 次，以考察峰面积重复性，具体结果见表 2。按照第 2 章节对阴性样品加标测定（加标量水平为 200 μg/kg），平行制样三次，平均回收率测试结果见表 2。

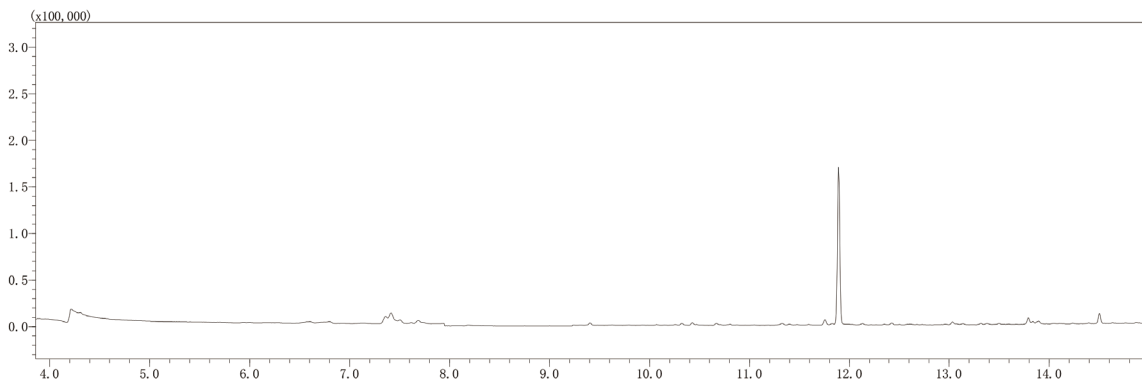


图4 阴性样品色谱图

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 (μg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	Me-PFOA	0.9996	0.16	107.8	1.11
2	7:1 FTA	0.9993	1.13	80.5	1.71
3	6:2 FTA	0.9992	1.05	116.8	4.85
4	6:2 FTMA	0.9992	0.33	121.0	1.88
5	8:2 FTA	0.9991	1.08	123.5	4.09
6	8:2 FTMA	0.9992	0.53	127.3	2.00
7	10:2 FTA	0.9990	2.78	121.6	5.08
8	10:2 FTMA	0.9991	0.50	126.2	3.51

■ 结论

本文使用 GCMS-QP2020 NX，建立了纺织品中 8 种全氟化合物的分析方法。结果表明，在 10~500 μg/L 的浓度范围内，8 种全氟化合物相关系数 R 均大于 0.999。取浓度为 20 μg/L 的标准混合溶液重复进样 6 次，各组分峰面积 RSD 值小于 6%，仪器重复性良好。对空白样品进行加标回收率实验，添加标准为 200 μg/kg，回收率范围在 80.5-127.3%。该方法灵敏度高、重复性好，可用于纺织品中全氟化合物的测定。

岛津应用云

