

# GCMS 法测定纺织品中 24 种多环芳烃含量

## GCMS-555

**摘要：**本文参考相关国家标准，利用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了纺织品中 24 种多环芳烃 (PAHs) 的检测方法。在 5~200 ng/mL 浓度范围内，24 种 PAHs 各组分线性关系良好，相关系数均达到 0.996 以上。取浓度为 5 ng/mL 的 24 种 PAHs 标准溶液进行重复性测试，各组分峰面积 RSD 均小于 6%。样品加标回收率实验中，24 种 PAHs 组分平均回收率在 81%~99% 之间。该方法操作简便，能够有效的测定纺织品中 24 种 PAHs 的含量。

**关键词：**GCMS 纺织品 多环芳烃

### 技术特点：

- ❖ 样品采用超声萃取，简单方便，可操作性强。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，能有效去除干扰杂质，提高检测灵敏度。

多环芳烃 (PAHs) 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。

我国生态纺织品标准 GB/T18885-2020 对各类纺织品中多环芳烃限量做了明确规定，如婴幼儿用品中苯并 [a] 芘的限量为 0.5 mg/kg，其它产品中苯

并 [a] 芘的限量为 1.0 mg/kg。婴幼儿用品中 24 种多环芳烃总量不得超过 5.0 mg/kg，其它产品中 24 种多环芳烃总量不得超过 10.0 mg/kg。

本文参考国家标准《GB/T 28189-2023 纺织品多环芳烃测定》，利用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了纺织品中 24 种多环芳烃的检测方法，该方法简便、能够有效地应对纺织品中 24 种多环芳烃的测试。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪 GCMS-QP2050

### 1.2 分析条件

色谱柱：	SH-Rxi-PAH, 30 m × 0.25 mm × 0.10 μm
柱温程序：	50°C (2 min) _ 30°C /min _ 120°C _ 5°C /min _ 170°C _ 15°C /min _ 330°C (8 min)
进样方式：	不分流进样
进样量：	1 μL
进样口温度：	280°C
载气控制方式：	色谱柱流量
色谱柱流量：	1.5 mL/min
离子化方式：	EI
离子源温度：	230°C
接口温度：	280°C
检测器电压：	调谐电压 +0.2 kV
采集模式：	SIM, 各化合物信息见表 1

### 1.3 样品前处理

取 1 g 剪碎样品置于 50 mL 离心管中，加入正己烷 / 丙酮 (1:1) 30 mL

60°C 水浴超声提取 60 min

浓缩，正己烷定容至 2 mL

过 0.45 μm 滤膜, GCMS 测试

图 1 样品前处理流程图

注: 必要时样品溶液经硅胶 SPE 柱净化。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 24 种多环芳烃标准色谱图

24 种 PAHs 混合标准溶液色谱图如图 1 所示。

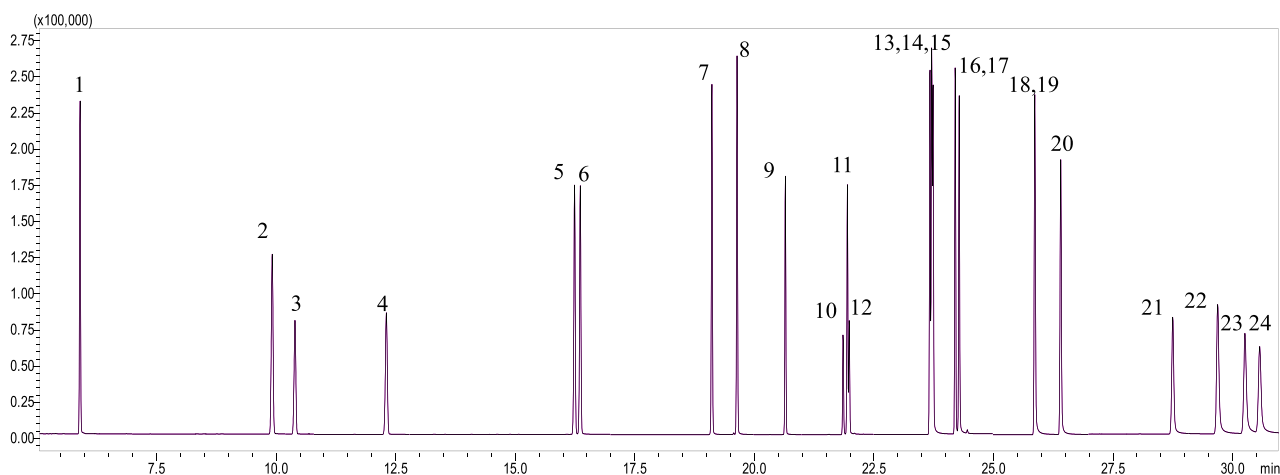


图 2 24 种 PAHs 标准溶液色谱图 (浓度 50 ng/mL)

表 1 24 种 PAHs 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	萘	Naphthalene	91-20-3	5.916	128	102,129
2	茚烯	Acenaphthylene	208-96-8	9.939	152	76,151
3	茚	Acenaphthene	83-32-9	10.414	153	76,152
4	芴	Fluorene	86-73-7	12.327	166	163,165
5	菲	Phenanthrene	85-01-8	16.259	178	176,179
6	蒽	Anthracene	120-12-7	16.379	178	176,179
7	荧蒽	Fluoranthene	206-44-0	19.128	202	200,203
8	芘	Pyrene	129-00-0	19.654	202	200,203
9	1-甲基芘	1-Methylpyrene	2381-21-7	20.662	216	189,215
10	苯并[a]蒽	Benz[a]anthracene	56-55-3	21.868	228	114,229
11	环戊烯[c,d]芘	Cyclopenta[c,d]pyrene	27208-37-3	21.958	226	224,227
12	蒽	Chrysene	218-01-9	21.998	228	227,229
13	苯并[b]荧蒽	Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	23.681	252	126,250
14	苯并[k]荧蒽	Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	23.720	252	126,250
15	苯并[j]荧蒽	Benzo[j]fluoranthene	205-82-3	23.747	252	126,250

16	苯并 [a] 芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8	24.210	252	126,250
17	苯并 [e] 芘	Benzo[e]pyrene	192-97-2	24.294	252	126,250
18	二苯并 [a,h] 蒽	Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3	25.869	278	139,279
19	茚并 [1,2,3-cd] 芘	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	25.872	276	138,277
20	苯并 [g,h,i] 芘	Benzo[ghi]perylene	191-24-2	26.412	276	138,277
21	二苯并 [a,i] 芘	Dibenzo[a,i] pyrene	191-30-0	28.756	302	300,303
22	二苯并 [a,e] 芘	Dibenzo[a,e] pyrene	191-65-4	29.691	302	300,303
23	二苯并 [a,i] 芘	Dibenzo[a,i] pyrene	189-55-9	30.260	302	300,303
24	二苯并 [a,h] 芘	Dibenzo[a,h] pyrene	189-64-0	30.566	302	300,303

## 2.2 标准曲线

分别配制 5、10、20、50、100 和 200 ng/mL 的 24 种 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，部分组分标准曲线和质量色谱图见图 3、图 4。

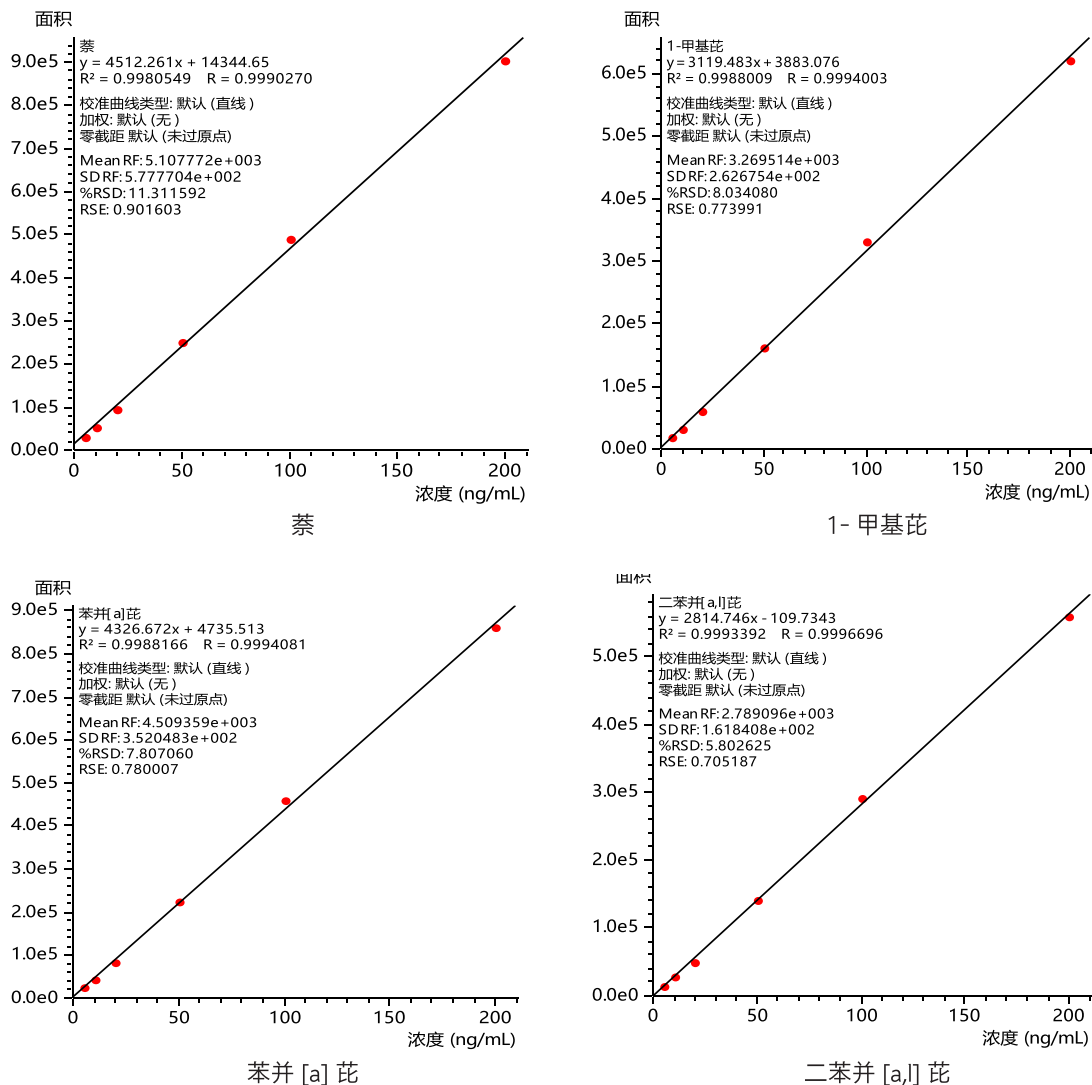


图 3 部分组分标准曲线

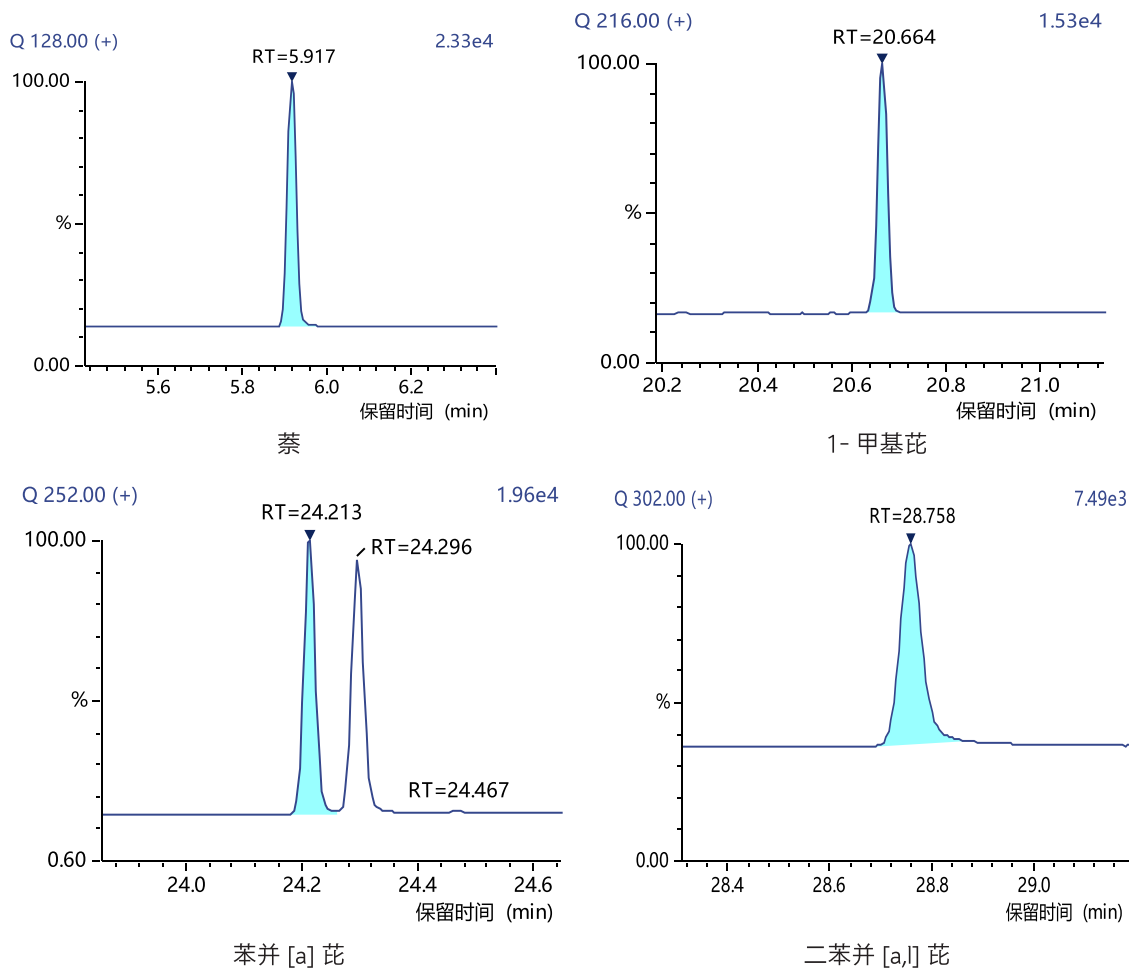


图 4 部分组分质量色谱图 (浓度 5 ng/mL)

### 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, 考察重复性。并以 5 ng/mL 混合标准溶液测定结果计算各化合物的仪器检出限 (S/N=3), 重复性及检出限结果见表 2。

表 2 18 种 PAHs 标准曲线相关系数、重复性结果及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	峰面积 (n=6) RSD (%)	检出限 (ng/mL)
1	萘	0.9990	1.25	0.018
2	萘烯	0.9992	2.06	0.047
3	萘	0.9991	1.67	0.070
4	萘	0.9992	1.98	0.028
5	菲	0.9993	2.59	0.043
6	蒽	0.9995	2.74	0.043
7	荧蒽	0.9994	3.19	0.016
8	芘	0.9995	3.32	0.015
9	1-甲基芘	0.9994	2.94	0.049

10	苯并 [a] 蒽	0.9994	3.42	0.017
11	环戊烯 [c,d] 芘	0.9996	4.02	0.069
12	蒽	0.9996	3.88	0.020
13	苯并 [b] 荧蒽	0.9996	4.16	0.021
14	苯并 [k] 荧蒽	0.9993	3.58	0.022
15	苯并 [j] 荧蒽	0.9987	5.16	0.023
16	苯并 [a] 芘	0.9994	3.29	0.020
17	苯并 [e] 芘	0.9995	3.74	0.023
18	二苯并 [a,h] 蒽	0.9997	3.92	0.023
19	蒽并 [1,2,3-cd] 芘	0.9996	4.34	0.013
20	苯并 [g,h,i] 花	0.9995	3.72	0.016
21	二苯并 [a,l] 芘	0.9997	4.09	0.051
22	二苯并 [a,e] 芘	0.9997	4.14	0.061
23	二苯并 [a,i] 芘	0.9998	5.44	0.086
24	二苯并 [a,h] 芘	0.9998	5.13	0.099

#### 2.4 样品测试及加标回收率

取某市售的纺织品样品，按照 1.3 进行样品前处理，经 GCMS 测定，该样品色谱图如图 5 所示，该样品未检测到上述 24 种 PAHs。

以该样品为空白样品，在样品中添加 24 种 PAHs 混标，添加浓度为 0.02 mg/kg，按照 1.3 平行处理 3 份，24 种 PAHs 加标平均回收率结果见表 3。

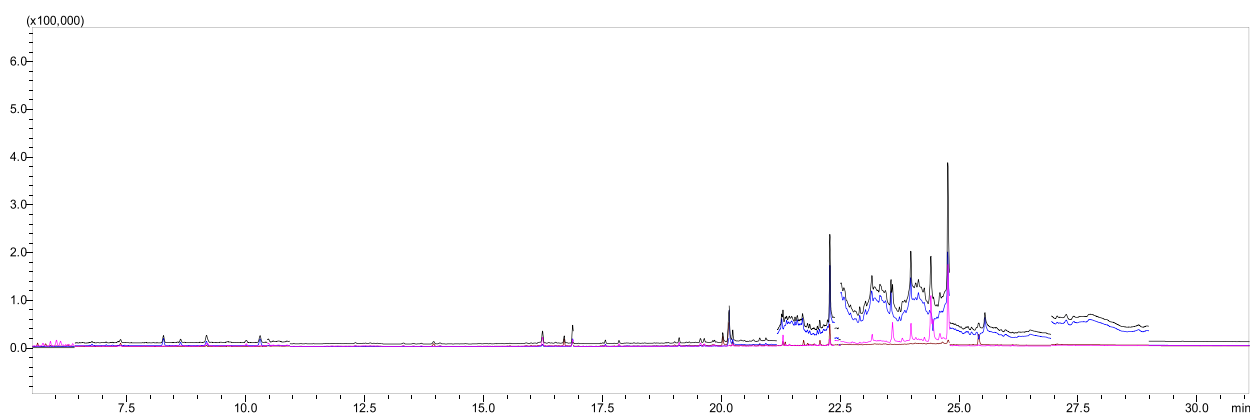


图 5 某市售纺织品样品色谱图

表 3 24 种 PAHs 回收率结果

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	萘	95.39	1.68	13	苯并 [b] 荧蒽	94.75	5.18
2	蒽烯	98.44	4.99	14	苯并 [k] 荧蒽	90.19	2.21
3	蒽	85.20	5.48	15	苯并 [j] 荧蒽	94.82	6.49
4	芴	92.35	1.82	16	苯并 [a] 芘	93.54	3.55

5	菲	81.61	7.38	17	苯并 [e] 芘	93.48	3.22
6	蒽	93.37	2.60	18	二苯并 [a,h] 蒽	93.16	3.61
7	荧蒽	92.51	2.26	19	茚并 [1,2,3-cd] 芘	92.53	3.15
8	芘	91.93	2.08	20	苯并 [g,h,i] 芘	93.14	3.72
9	1- 甲基芘	92.91	2.27	21	二苯并 [a,i] 芘	94.69	4.67
10	苯并 [a] 蒽	92.38	2.31	22	二苯并 [a,e] 芘	94.10	3.63
12	环戊烯 [c,d] 芘	93.60	2.17	23	二苯并 [a,i] 芘	92.73	3.26
13	蒾	92.88	2.56	24	二苯并 [a,h] 芘	90.27	1.97

## ■ 结论

本文参考 GB/T 28189-2023 《纺织品 多环芳烃测定》国家标准，采用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了纺织品中 24 种 PAHs 含量的检测方法。在 5~200 ng/mL 浓度范围内，24 种 PAHs 标准曲线线性良好，各化合物相关系数均在 0.998 以上。取浓度为 5 ng/mL 的 24 种 PAHs 标准溶液进行重复性测试，24 种 PAHs 峰面积 RSD 均小于 6%，表明方法的精密度良好。该方法操作简单、灵敏度高、定量准确可靠，可用于纺织品中 24 种 PAHs 含量的测定。

岛津应用云

