

# 气相色谱质谱联用法检测纺织品中 7 种邻苯二甲酸酯

**摘 要：** PVC纺织品样品经三氯甲烷超声提取，用气相色谱质谱联用法对其中的7种邻苯二甲酸酯进行定性和定量分析。

**关键词：** PVC纺织品样品 超声提取 气相色谱质谱联用法 邻苯二甲酸酯

## 前言

邻苯二甲酸酯类物质(简称PAEs)是一类环境激素，动物实验表明其对人类和动物有雌性激素效应，可以引起内分泌失调，使之出现生殖系统病变。因此，国际纺织品生态研究和检测协会颁布的《生态纺织品标准100》中规定婴儿类服饰纺织品中邻苯二甲酸酯类PVC增塑剂总量的限定值为不大于0.1%(1000mg/kg)。因此，对纺织品中邻苯二甲酸酯类增塑剂含量进行有效地分析检测，建立快速、灵敏、准确的分析方法有着重要意义。

本文利用岛津公司的 GCMS-QP2010 SE 对 PVC 纺织品样品中的 7 种邻苯二甲酸酯进行分析，分离度、线性关系及重现性好。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

日本岛津 GCMS-QP2010 SE 气相色谱-质谱联用仪

### 1.2 色谱条件

色谱柱：DB-5MS 30m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m

进样口温度：270℃

柱温程序：150℃(1min)30℃/min 300℃ (8min)

恒线速度：42 cm/sec

不分流进样

进样量：1 $\mu$ L

离子源温度：230℃

接口温度：290℃

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式进行定量分析，选择离子见表 1。

**表 1 7 种邻苯二甲酸酯选择离子表**

序号	化学名称	定量离子	参考离子
1	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	149	205、223
2	邻苯二甲酸二己酯 (DNHP)	149	251、233
3	邻苯二甲酸苯基丁酯 (BBP)	149	206、238
4	邻苯二甲酸二己酯 (DEHP)	149	167、279
5	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)	279	261、279
6	邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)	293	127、149
7	邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)	307	149、141

2 样品的制备

取均匀 1.0g 样品，加入 20mL 三氯甲烷超声提取 1 小时，用三氯甲烷定容 25 mL。

3 结果与讨论

3.1 7 种邻苯二甲酸酯色谱图

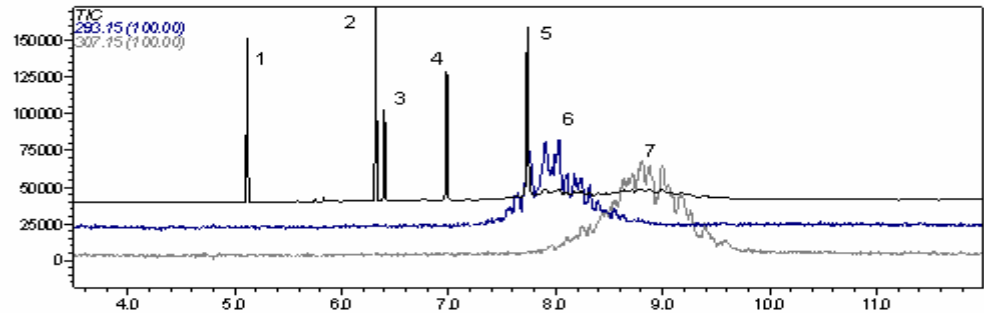


图 1 7 种邻苯二甲酸酯标液 TIC 图

3.2 标准曲线

配制 DBP、DNHP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP 浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0 $\mu\text{g/mL}$  的混合标准溶液，得到各组分的标准曲线如下：

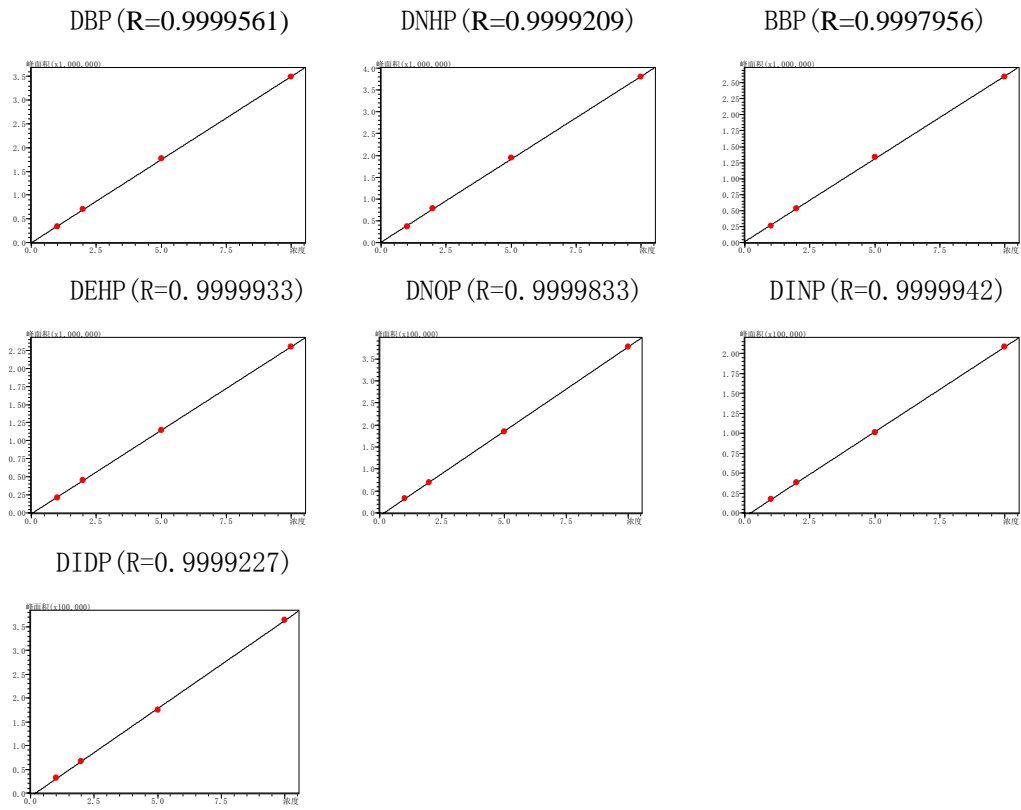


图 2 7 种邻苯二甲酸酯各组分标准曲线

3.3 重现性测试

取 2.0 $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液进行重现性测试，结果见表 2、表 3。

表 2 7 种邻苯二甲酸酯峰面积重现性结果( n=6 )

	DBP	DNHP	BBP	DEHP	DNOP	DINP	DIDP
1	697884	774418	535046	454271	68983	39324	70034

2	702958	786277	540397	459746	69187	37762	69280
3	700169	788493	541763	464189	70216	38081	69816
4	698584	772321	533566	450217	68593	36360	66879
5	735214	809742	562853	471194	75218	39488	71857
6	712101	786682	548325	462062	69923	38004	71366
RSD(%)	2.03	1.70	1.98	1.61	3.49	3.00	2.52

表 3 7 种邻苯二甲酸酯保留时间重现性结果( n=6 )

	DBP	DNHP	BBP	DEHP	DNOP	DINP	DIDP
1	5.111	6.321	6.402	6.986	7.742	7.738	8.796
2	5.113	6.324	6.406	6.990	7.747	7.745	8.810
3	5.111	6.321	6.403	6.986	7.742	7.737	8.798
4	5.111	6.320	6.402	6.986	7.741	7.738	8.795
5	5.111	6.321	6.403	6.987	7.742	7.739	8.795
6	5.111	6.321	6.403	6.986	7.743	7.739	8.793
RSD(%)	0.016	0.022	0.023	0.023	0.028	0.037	0.070

### 3.4 样品测试结果

取 1 $\mu$ L 样品溶液进样，得到样品的 TIC 图及测定结果如下：

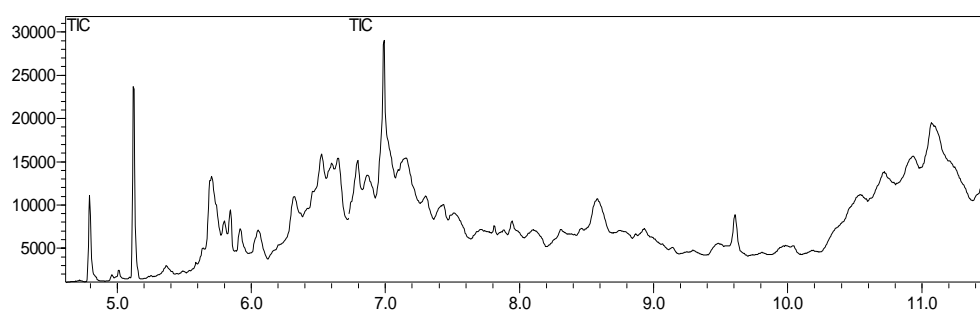


图 3 PVC 布料 1 样品 TIC 图

表 4 PVC 布料 1 样品定量结果

化合物名称	保留时间 (min)	定量离子	含量 (mg/Kg)
DBP	5.117	149	1.7
DNHP	6.321	149	未检出
BBP	6.402	149	未检出
DEHP	6.990	149	4.4
DNOP	7.747	279	未检出
DINP	7.738	293	未检出
DIDP	8.795	307	未检出

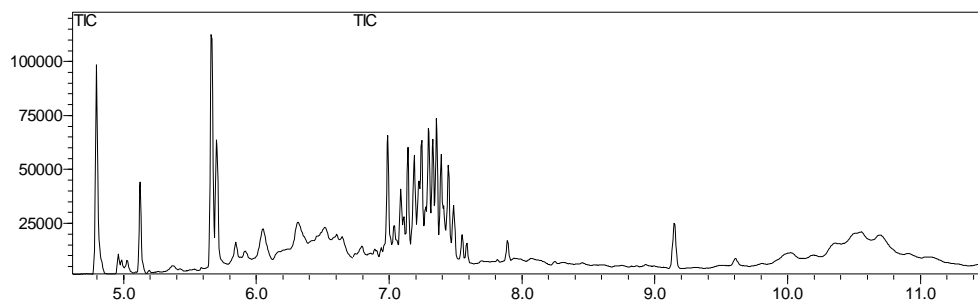


图 4 PVC 布料 2 样品 TIC 图

表 5 PVC 布料 2 样品定量结果

化合物名称	保留时间 (min)	定量离子	含量 (mg/Kg)
DBP	5.123	149	3.2
DNHP	6.321	149	未检出
BBP	6.402	149	未检出
DEHP	6.989	149	4.9
DNOP	7.747	279	未检出
DINP	7.738	293	未检出
DIDP	8.795	307	未检出

### 3.5 讨论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 SE 气相质谱联用仪，对纺织品中 7 种邻苯二甲酸酯进行了分析，结果表明分离度、线性关系及重现性良好，定量准确，完全能满足企业日常定性定量分析的要求。