



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111624268 A

(43)申请公布日 2020.09.04

(21)申请号 202010365324.0

(22)申请日 2020.04.30

(71)申请人 上海市质量监督检验技术研究院
地址 200233 上海市徐汇区苍梧路381号

(72)发明人 包海峰 赵海浪 庄园园 谭玉静

(74)专利代理机构 上海世圆知识产权代理有限公司 31320

代理人 王佳妮 顾俊超

(51)Int.Cl.

G01N 30/02(2006.01)

G01N 30/06(2006.01)

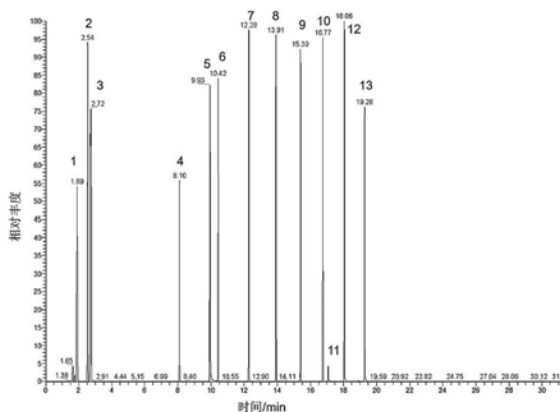
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

一种纺织品中异味化合物的检测方法

(57)摘要

本发明公开了一种纺织品中异味化合物的检测方法,包括以下步骤:(1)称取若干质量的剪碎并混匀的纺织品试样置于顶空瓶中;(2)采用固相微萃取进样方式,气相色谱-质谱仪进行分析;(3)根据13种异味化合物的保留时间以及对应的峰面积,定性和定量计算纺织品中13种异味化合物的含量。本发明的方法可以同时检测出纺织品中是否含有13种异味化合物,无需前处理,无有机溶剂再污染,结合气相质谱痕量分析技术,可实现对异味目标物精准的定性定量测试,降低了误判的可能性,为纺织品的仲裁检验、监督检查提供客观评价。



1. 一种纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,采用固相微萃取进样,气相色谱-质谱联用法测定纺织品中异味化合物的含量。

2. 根据权利要求1所述的纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,包括以下步骤:(1)称取若干质量的剪碎并混匀的纺织品试样置于顶空瓶中;(2)采用固相微萃取进样方式,气相色谱-质谱仪进行分析;(3)根据13种异味化合物的保留时间以及对应的峰面积,定性和定量计算纺织品中13种异味化合物的含量。

3. 根据权利要求2所述的纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,所述的纺织品试样的质量为1~2 g。

4. 根据权利要求2所述的纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,所述的固相微萃取条件为:萃取头为二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷(DVB/CAR/PDMS),萃取头涂层厚度为50/30 μ m;平衡时间为15~20min;萃取时间为15~25min;解吸时间为2~5min。

5. 根据权利要求2所述的纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,气相色谱-质谱仪的分析条件为:色谱柱为聚乙二醇毛细管色谱柱,例如:Agilent DB-WAX毛细管色谱柱或其它同等极性毛细管柱;载气为氦气;柱流量1.5~2mL/min;进样口温度230~250 $^{\circ}$ C;分流进样,分流比为(5~10):1;程序升温:起始温度30~50 $^{\circ}$ C,维持4~6min,以10~20 $^{\circ}$ C/min升温至240~260 $^{\circ}$ C,保持10~15min;EI:70 eV,离子源温度200~230 $^{\circ}$ C,接口温度240~260 $^{\circ}$ C,质量扫描范围为25~250amu。

6. 根据权利要求2所述的纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,纺织品样品中13种异味化合物的含量按下式进行计算:

$$X_i = (A_i \times C_i \times V) / (A_{is} \times m) \quad (1)$$

其中: X_i 为被检测样品中异味化合物*i*的含量(μ g/g);

A_i 为被检测样品中异味化合物*i*的峰面积;

C_i 为标准溶液中异味化合物*i*的质量浓度(μ g/mL);

V 为标准溶液添加体积(mL);

m 为剪碎的纺织品样品的试样量(g);

A_{is} 为标准溶液中异味化合物*i*的峰面积。

一种纺织品中异味化合物的检测方法

技术领域

[0001] 本发明涉及纺织品检测领域,尤其涉及一种纺织品中异味化合物的检测方法。

背景技术

[0002] 异味物质主要来源于人类生活和工农业生产过程中产生的大量废气,除了带给人们不舒适感,严重时还会对身体健康和生态环境造成危害。目前异味污染已经受到世界各国的高度重视并被列为环境七大公害之一,其中纺织品异味与人们日常生活息息相关,自从2013年的“毒校服”事件发生后,纺织品的安全问题一直是国家和行业关注的重点。目前,对于纺织品异味的检测评价是通过专业人员用嗅辨法来进行,如我国强制标准GB 18401-2010《国家纺织产品基本安全技术规范》中异味检测,但这种主观的评价方法稳定性不高,受人为因素影响较大,不仅对异味程度无法准确定量,且部分异味中的化合物是对人体有害的物质,对检验人员身体健康造成一定的威胁。因此,纺织品异味评定需要探索一种新的客观评定方法。在以往的研究中针对异味客观检测方法常见的有两种:电子鼻和顶空-气相色谱-质谱联用法。电子鼻是模仿生物鼻的一种气体检测仪,属于仪器分析法和感官评价法的结合产物。电子鼻是一项操作简单、快速、样品适用范围广的无损分析技术,但是系统中传感器阵列专属性和稳定性差,易受环境因素的影响,另外传感器易于过载或中毒,与干扰气体发生反应,影响测定结果。顶空技术是复杂异味污染物的定性定量分析中常用的技术,这种方法有效分离混合物并测定异味样品中各组分的化学浓度,若有串联质谱的加持,可以进一步提高异味化合物的检出限及灵敏度。对于纺织品中异味化合物的检测,目前我国尚未有明确、统一的标准,市场混乱,给政府的市场监管带来了难度。因此,如何对纺织品中异味化合物进行定性定量检测,建立一种快速有效客观的检测方法,保障消费者权益,成为亟待解决的问题。

发明内容

[0003] 本发明针对现有检测方法的不足,提供一种纺织品中异味化合物的检测方法,可以对纺织品中含有的13种异味化合物(见表1)含量进行测定。

[0004] 本发明的技术方案是:

[0005] 一种纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,采用固相微萃取进样,气相色谱-质谱联用法测定纺织品中异味化合物的含量。

[0006] 再具体地,本发明的一种纺织品中异味化合物的检测方法,其特征在于,包括以下步骤:(1)称取若干质量的剪碎并混匀的纺织品试样置于顶空瓶中;(2)采用固相微萃取进样方式,气相色谱-质谱仪进行分析;(3)根据13种异味化合物的保留时间以及对应的峰面积,定性和定量计算纺织品中13种异味化合物的含量;

[0007] 所述的纺织品试样的质量为1~2g;

[0008] 所述的固相微萃取条件为:萃取头为二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷(DVB/CAR/PDMS),萃取头涂层厚度为50/30 μm ;平衡时间为15~20min;萃取时间为15~

25min;解吸时间为2~5min;

[0009] 气相色谱-质谱仪的分析条件为:色谱柱为聚乙二醇毛细管色谱柱,例如:Agilent DB-WAX毛细管色谱柱或其它同等极性毛细管柱;载气为氦气;柱流量1.5~2mL/min;进样口温度230~250℃;分流进样,分流比为(5~10):1;程序升温:起始温度30~50℃,维持4~6min,以10~20℃/min升温至240~260℃,保持10~15min;EI:70eV,离子源温度200~230℃,接口温度240~260℃,质量扫描范围为25~250amu;

[0010] 纺织品样品中13种异味化合物的含量按下式进行计算:

$$[0011] \quad X_i = (A_i \times C_i \times V) / (A_{is} \times m) \quad (1)$$

[0012] 其中: X_i 为被检测样品中异味化合物*i*的含量($\mu\text{g/g}$);

[0013] A_i 为被检测样品中异味化合物*i*的峰面积;

[0014] C_i 为标准溶液中异味化合物*i*的质量浓度($\mu\text{g/mL}$);

[0015] V 为标准溶液添加体积(mL);

[0016] m 为剪碎的纺织品样品的试样量(g);

[0017] A_{is} 为标准溶液中异味化合物*i*的峰面积。

[0018] 表1 13种异味化合物的特征离子和气味描述

序号	化学名	CAS 编号	特征离子			气味描述
			定量离子	Q1	Q2	
1	异辛烷	540-84-1	57	56	41	高沸程石油味
2	正十烷	124-18-5	57	43	41	
3	正十一烷	1120-21-4	57	43	71	
4	正十二烷	112-40-3	57	43	71	
5	正十三烷	629-50-5	57	43	71	
[0019] 6	正十四烷	629-59-4	57	43	71	
7	正十五烷	629-62-9	57	43	71	
8	正十六烷	544-76-3	57	43	71	
9	丙烯酸乙酯	140-88-5	55	57	56	芳香烃味
10	丙烯酸甲酯	96-33-3	55	27	85	
11	丙烯酸丁酯	141-32-2	55	56	73	
12	苯胺	62-53-3	93	66	65	
13	土味素	16423-19-1	112	41	55	霉味

[0020] 本发明的一种纺织品中异味化合物的检测方法中,13种异味化合物的特征离子和气味描述见表1。

[0021] 与现有技术相比,本发明的检测方法可以同时检测出纺织品中是否含有13种异味化合物,为纺织品的异味测试提供新思路,无需前处理,无有机溶剂再污染,结合气相质谱

痕量分析技术,可准确计算出各异味化合物的含量,实现对异味目标物精准的定性定量测试;相比于异味嗅辩法,分析者的从业经验要求大幅下降,并极大降低了误判的可能性,为纺织品的仲裁检验、监督抽查提供客观评价。

附图说明

[0022] 图1为标准溶液的选择离子色谱图;

[0023] 图中:1-丙烯酸甲酯,2-异辛烷,3-丙烯酸乙酯,4-丙烯酸丁酯,5-苯胺,6-正十烷,7-正十一烷,8-正十二烷,9-正十三烷,10-正十四烷,11-土味素,12-正十五烷,13-正十六烷。

[0024] 图2为实施例1的试样选择离子色谱图。

[0025] 图3为实施例2的试样选择离子色谱图。

具体实施方式

[0026] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,本实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0027] 实施例1

[0028] (1)取灰色纺织品样品,将其剪碎后混匀,称取1g样品,置于顶空瓶中;

[0029] (2)配制混合标准工作溶液:将混合标准储备溶液稀释成浓度为20 μ g/mL的混合标准工作溶液;

[0030] (3)气相色谱-质谱仪(GC-MS)条件如下,萃取头为二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷(DVB/CAR/PDMS),萃取头涂层厚度为:50/30 μ m;平衡时间为15min;萃取时间为20min;解吸时间为2min;气相色谱-质谱仪的分析条件为:色谱柱为DB-WAX毛细管色谱柱;载气为氦气;柱流量1.5mL/min;进样口温度250 $^{\circ}$ C;分流进样,分流比为5:1;程序升温:起始温度40 $^{\circ}$ C,维持5min,以15 $^{\circ}$ C/min升温至250 $^{\circ}$ C,保持15min;EI:70eV,离子源温度230 $^{\circ}$ C,接口温度260 $^{\circ}$ C,质量扫描范围为25~250amu。

[0031] 标准溶液的选择离子色谱图见图1,图中各谱峰之间完全分离,各谱峰峰形尖锐,对称性好。由此可以说明所选择的特征目标离子灵敏度高、选择性好、干扰少,线性范围宽,定性准确,定量限低。试样的选择离子色谱图见图2。

[0032] 待测样品与标准参考样在相同的保留时间9.93min处出现了苯胺峰,苯胺峰的线性方程: $y=4.31344 \times 10^6 x$ (y为峰面积,x为含量,单位为mg/kg,线性相关系数 $R^2=0.9961$,测定低限为0.08mg/kg),计算得到纺织品样品中异味化合物苯胺的含量为:15mg/kg。

[0033] 实施例2

[0034] (1)取白色纺织品样品,将其剪碎后混匀,称取1g样品,置于顶空瓶中;

[0035] (2)配制混合标准工作溶液:将混合标准储备溶液稀释成浓度为20 μ g/mL的混合标准工作溶液;

[0036] (3)气相色谱-质谱仪(GC-MS)条件如下,固相微萃取条件为:萃取头为二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷(DVB/CAR/PDMS),萃取头涂层厚度为:50/30 μ m;平衡时间为

20min;萃取时间为25min;解吸时间为5min。气相色谱-质谱仪的分析条件为:色谱柱为DB-WAX毛细管色谱柱;载气为氦气;柱流量2mL/min;进样口温度250℃;分流进样,分流比为7:1;程序升温:起始温度40℃,维持5min,以10℃/min升温至250℃,保持10min;EI:70eV,离子源温度230℃,接口温度250℃,质量扫描范围为25~250amu。

[0037] 标准溶液的选择离子色谱图见图1,试样的选择离子色谱图见图3。待测样品与标准参考样在相同的保留时间17.08min处出现了土味素峰,土味素峰的线性方程: $y = 5.48916 \times 10^5 x$ (y为峰面积,x为含量,单位为mg/kg,线性相关系数 $R^2 = 0.9954$,测定低限为0.10mg/kg),经公式计算得到纺织品样品中异味化合物为土味素,其含量为:0.5mg/kg。

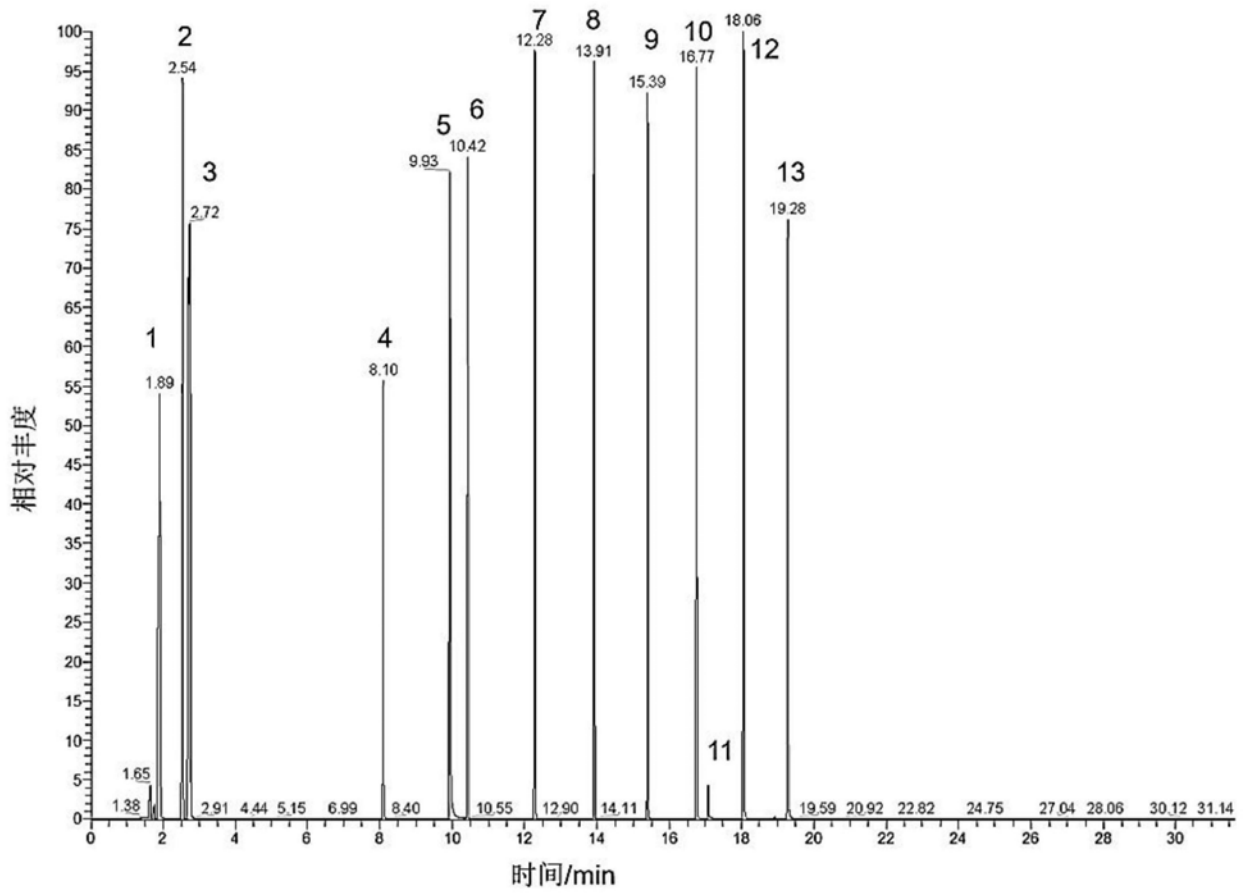


图1

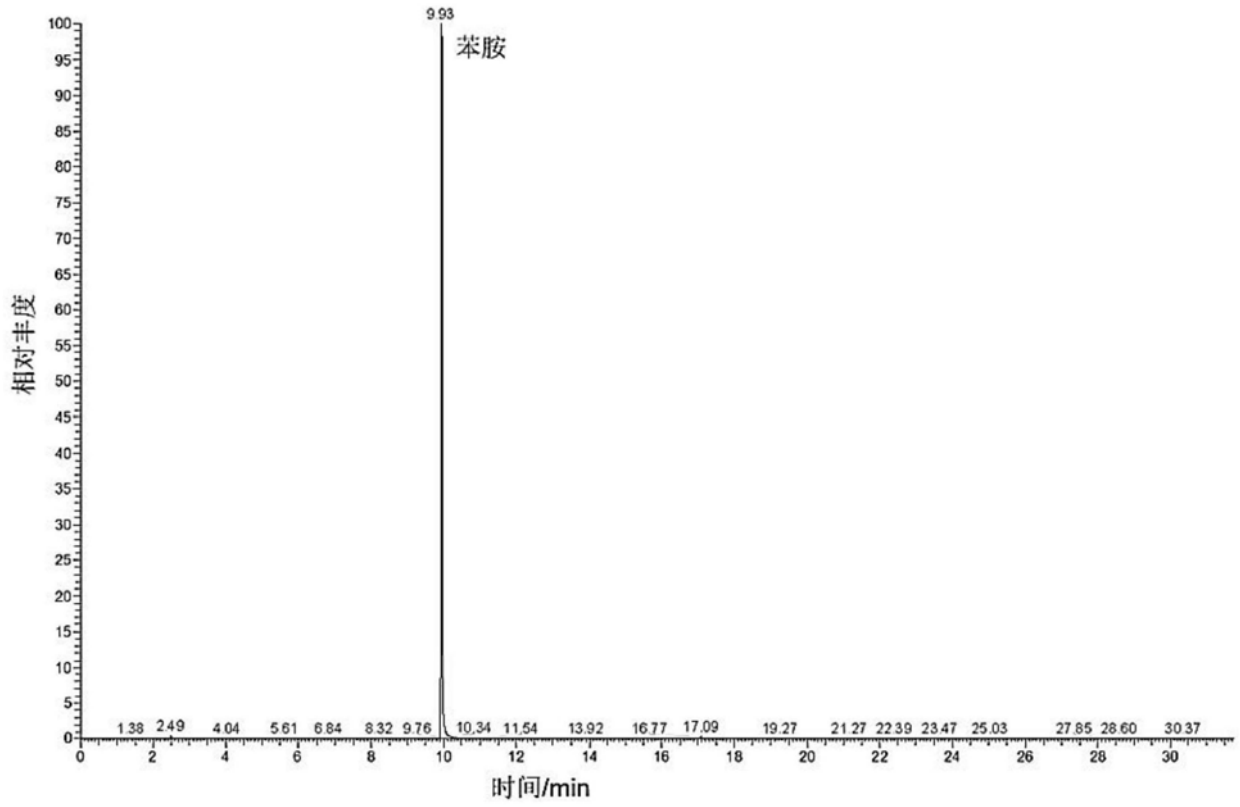


图2

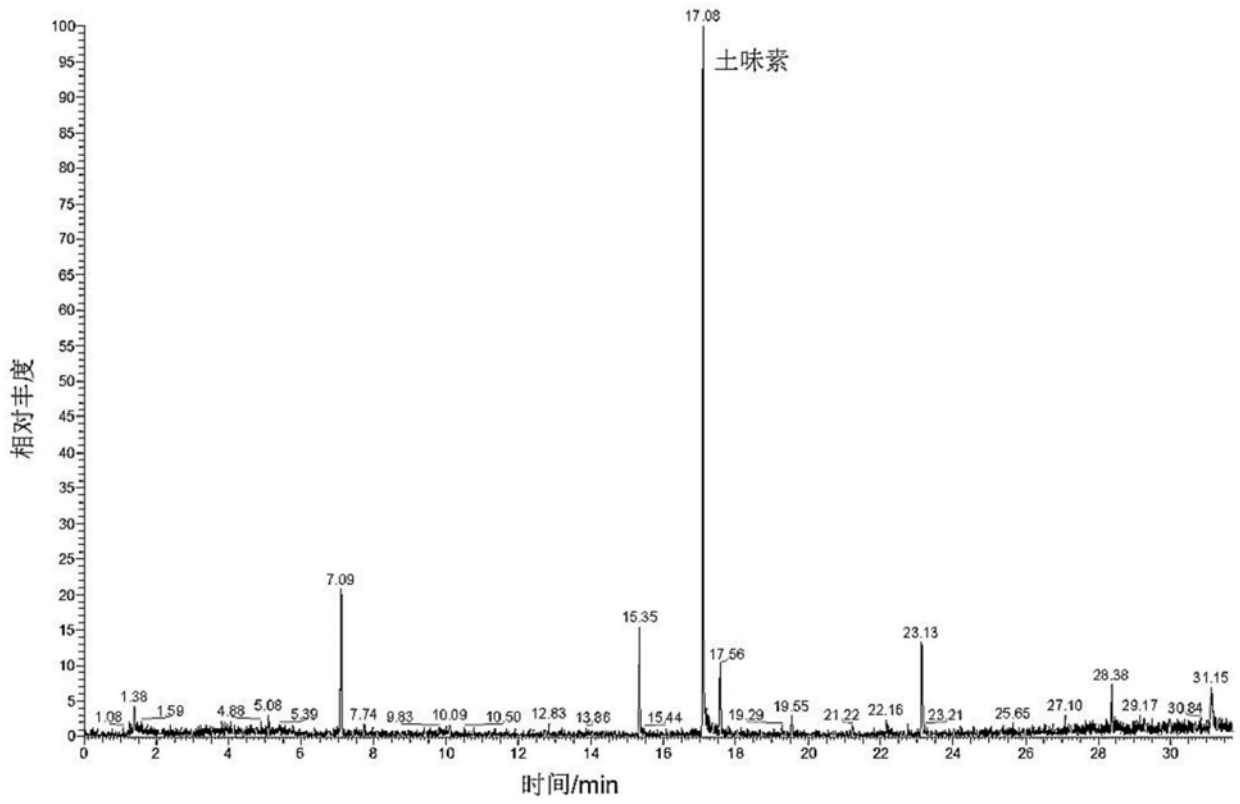


图3