



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23972—2009

## 纺织染整助剂中烷基苯酚及烷基苯酚聚 氧乙烯醚的测定 高效液相色谱/质谱法

Determination of alkylphenols and alkylphenol polyethoxylates  
in textile dyeing and finishing auxiliaries—LC/MS method

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:沈阳化工研究院、浙江传化股份有限公司、天祥质量技术服务上海有限公司。

本标准主要起草人:蒲爱军、陆林光、姬兰琴、吕铁梅、赵婷、沈日炯、陈如、赵梅、季浩、王建平。

# 纺织染整助剂中烷基苯酚及烷基苯酚聚氧乙烯醚的测定 高效液相色谱/质谱法

## 1 范围

本标准规定了纺织染整助剂产品中烷基苯酚和烷基苯酚聚氧乙烯醚的测定方法。

本标准适用于采用高效液相色谱/质谱法对纺织染整助剂产品中烷基苯酚和烷基苯酚聚氧乙烯醚的含量测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**烷基苯酚** alkylphenols,简称 AP

烷基苯酚的分子结构为: $\text{R-C}_6\text{H}_4\text{-OH}$ 。这一类物质常见的有辛基苯酚( $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{-C}_6\text{H}_4\text{-OH}$ ,简称 OP)和壬基苯酚( $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{-C}_6\text{H}_4\text{-OH}$ ,简称 NP)。

### 3.2

**烷基苯酚聚氧乙烯醚** alkylphenol polyethoxylates,简称 APEO

烷基苯酚聚氧乙烯醚的分子结构式为: $\text{R-C}_6\text{H}_4\text{-(OC}_2\text{H}_4)_n\text{OH}$ 。这一类物质常见的有辛基苯酚聚氧乙烯醚 [ $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{-C}_6\text{H}_4\text{-(OC}_2\text{H}_4)_n\text{OH}$ ],简称 OPEO 和壬基苯酚聚氧乙烯醚 [ $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{-C}_6\text{H}_4\text{-(OC}_2\text{H}_4)_n\text{OH}$ ],简称 NPEO。

烷基苯酚聚氧乙烯醚可以作为纺织染整助剂中的表面活性剂,烷基苯酚则是烷基苯酚聚氧乙烯醚的降解产物。

## 4 测定方法

### 4.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

### 4.2 方法提要

样品以甲醇为溶剂,采用超声波振荡法溶解纺织染整助剂产品中的烷基苯酚和烷基苯酚聚氧乙烯醚,经滤膜过滤后采用高效液相色谱-质谱法,通过选定特征离子中的多个碎片离子提取并加和,用峰面积外标法测定 AP 和 APEO 含量。

### 4.3 仪器设备

a) 高效液相色谱-质谱联用仪:



高效液相色谱仪:输液泵-流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min,在此范围内其流量稳定性为  $\pm 1\%$ ;

检测器-多波长紫外分光检测器或具有同等性能的紫外分光检测器;

质谱仪:电喷雾离子化源(ESI-MS,NI/PI 模式),串联四极杆或离子阱质量分析仪;

- b) 色谱工作站;
- c) 自动进样器;
- d) 分析天平:感量 0.000 1 g;
- e) 超声波发生器;
- f) 有机相针式过滤器:13 mm $\times$ 0.45  $\mu$ m。

#### 4.4 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 水:经 0.45  $\mu$ m 滤膜过滤;
- c) 乙酸铵溶液:0.5 g/L;
- d) 辛基苯酚标准品:99.9%(质量分数);
- e) 壬基苯酚标准品:99.9%(质量分数);
- f) 辛基苯酚聚氧乙烯醚标准品(平均聚合度为 10):特级纯 100%(质量分数);
- g) 壬基苯酚聚氧乙烯醚标准品(平均聚合度为 10): $\geq 99.0\%$ (质量分数)。

标准品的 CAS RN 见附录 A。

#### 4.5 测定条件

##### 4.5.1 色谱条件:

- a) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 2.1 mm 的不锈钢柱,固定相为 C<sub>18</sub> ODS,粒径为 3.5  $\mu$ m;
- b) 流动相 A:甲醇;  
流动相 B:乙酸铵溶液;  
流动相梯度见表 1;
- c) 波长:225 nm;
- d) 流量:0.3 mL/min;
- e) 柱温:40  $^{\circ}$ C;
- f) 进样量:10  $\mu$ L。

表 1 流动相梯度

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	85	15
20.00	98	2
25.00	98	2
26.00	85	15
30.00	85	15

##### 4.5.2 质谱条件:

- a) 离子化方式:电喷雾离子化;
- b) 检验方式:OP 和 NP 采用负离子模式,OPEO 和 NPEO 采用正离子模式;
- c) 干燥气温度:325  $^{\circ}$ C;
- d) 干燥气流速:8.0 L/min;
- e) 质量扫描范围:100 m/z~1 200 m/z;
- f) 选择检测离子:一级,SIM 或 EIC 模式。

可根据仪器不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

#### 4.6 溶液配制

##### 4.6.1 标准溶液的配制

分别准确称取适量的 OP、NP、OPEO、NPEO 标准品,用甲醇分别配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。

##### 4.6.2 标准试验溶液的制备

分别移取浓度为 1 mg/mL 的烷基苯酚和烷基苯酚聚氧乙烯醚标准储备溶液(4.6.1)适量体积,用甲醇稀释,配制成所需浓度的标准试验溶液。

##### 4.6.3 试样提取溶液的制备

称取纺织染整助剂试样约 1 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容。置于超声波发生器中,萃取约 30 min。如样品经超声波萃取后混浊,用有机相针式过滤器过滤至样品瓶中供液相色谱-质谱测定。

#### 4.7 测定步骤

开启液相色谱-质谱仪预热,待仪器运行稳定后,首先对试样进行全扫描分析,然后与标准样品的保留时间和质谱图对照进行定性,选取浓度相近的标准试验溶液,按表 2 规定的选择离子进行测定。通过自动进样器进样,待最后一个组分流出完毕,用数据处理机进行结果处理。

表 2 化合物与选择离子一览表

化合物	选择离子
辛基苯酚	205[M-H] <sup>-</sup>
壬基苯酚	219[M-H] <sup>-</sup>
辛基苯酚聚氧乙烯醚	312;356;400;444;488;532;576;620;664;708;752;796; 840;884;928;972。[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>
壬基苯酚聚氧乙烯醚	326;370;414;458;502;546;590;634;678;722;766;810; 854;898;942;986。[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>

#### 4.8 结果计算

纺织染整助剂产品中烷基苯酚或烷基苯酚聚氧乙烯醚含量以质量分数  $w_i$  计,数值用(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i \rho_s V}{A_s m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A_i$ ——试样中烷基苯酚或烷基苯酚聚氧乙烯醚的峰面积数值;

$\rho_s$ ——标样试验溶液中烷基苯酚或烷基苯酚聚氧乙烯醚的浓度数值,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——试样溶液定容体积数值,单位为毫升(mL);

$A_s$ ——标样试验溶液中烷基苯酚或烷基苯酚聚氧乙烯醚的峰面积数值;

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

#### 4.9 谱图

有关总离子流图、液相色谱以及质谱等示意图见附录 B。

## 5 检测低限、回收率和精密度

### 5.1 检测低限

本方法对试样中的辛基苯酚、壬基苯酚、辛基苯酚聚氧乙烯醚、壬基苯酚聚氧乙烯醚的检测低限为 25 mg/kg、25 mg/kg、10 mg/kg、10 mg/kg。

### 5.2 回收率

采用添加法对空白基质中添加 3 个不同质量浓度水平的 OP、NP、OPEO、NPEO 进行测定。测得 OP、NP、OPEO、NPEO 的回收率为 90%~110%。

### 5.3 精密度

在同一个实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

## 6 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的偏差;
- e) 试验日期。



附 录 A  
(规范性附录)

常见辛基苯酚、壬基苯酚、辛基苯酚聚氧乙烯醚、壬基苯酚聚氧乙烯醚的 CAS RN

表 A.1 常见辛基苯酚、壬基苯酚、辛基苯酚聚氧乙烯醚、壬基苯酚聚氧乙烯醚的 CAS RN

序号	中文名称	英文名称	英文商品名称	化学文摘编号 CAS RN
1	辛基苯酚	octylphenol	4-tere-octylphenol	140-66-9
2	辛基苯酚聚氧乙烯醚	Octylphenol polyethoxylate	TritonX-100	9002-93-1
3	壬基苯酚	nonylphenol	4-nonylphenol (technical)	25154-52-3
4	壬基苯酚聚氧乙烯醚	Nonylphenol polyethoxylate	4-nonylphenol polyethoxylate Imbentin-N/63	9016-45-9

附录 B  
(资料性附录)  
示意图

示意图见图 B.1~图 B.5。

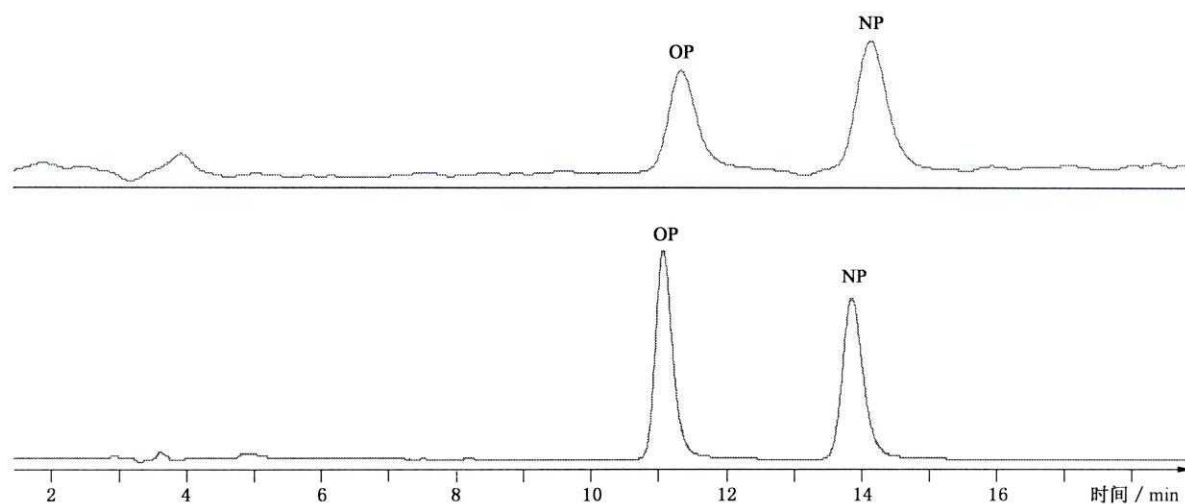


图 B.1 OP+NP 总离子流图和液相色谱示意图

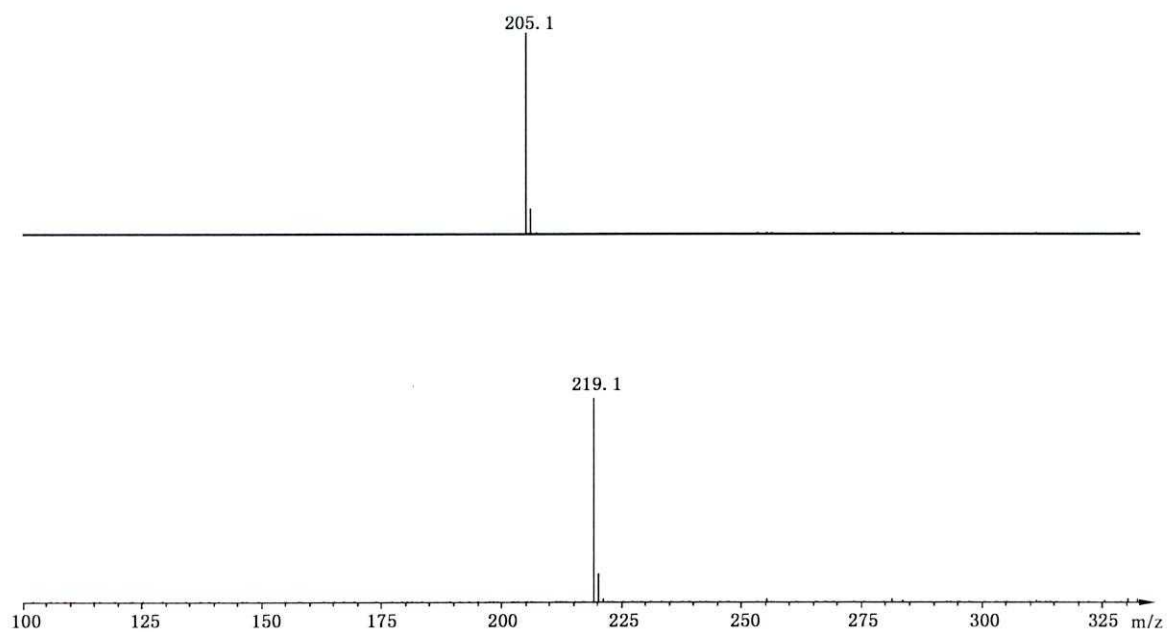


图 B.2 OP 和 NP 质谱图



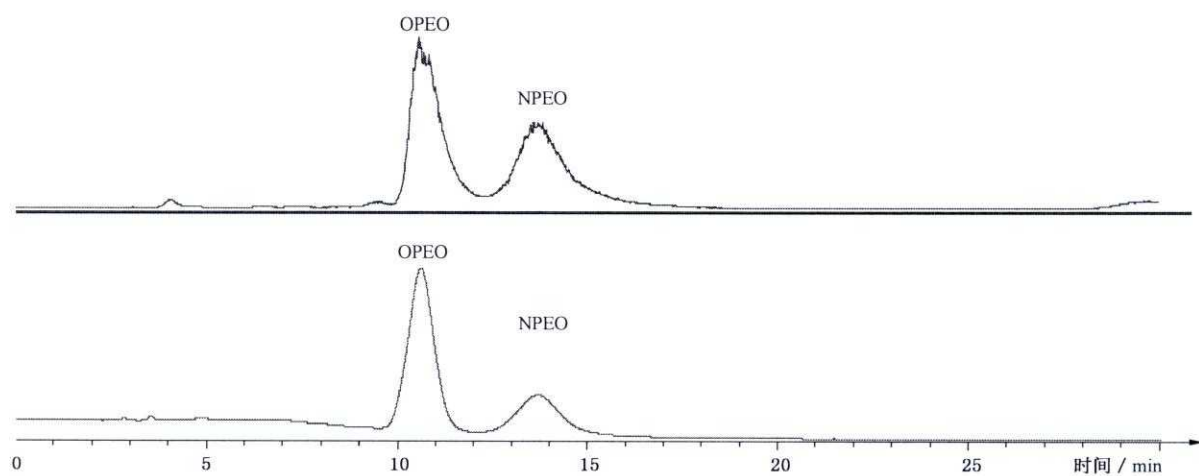


图 B.3 OPEO+NPEO 总离子流和液相色谱示意图

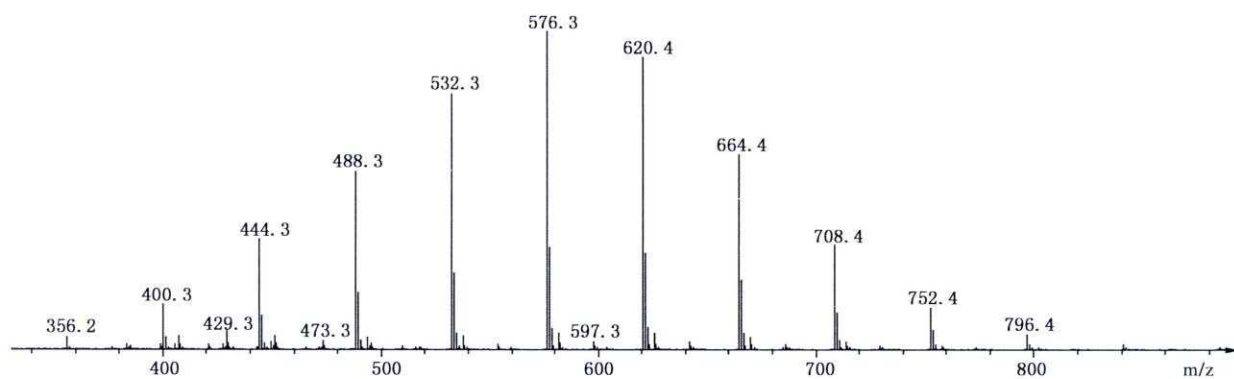


图 B.4 OPEO 质谱图

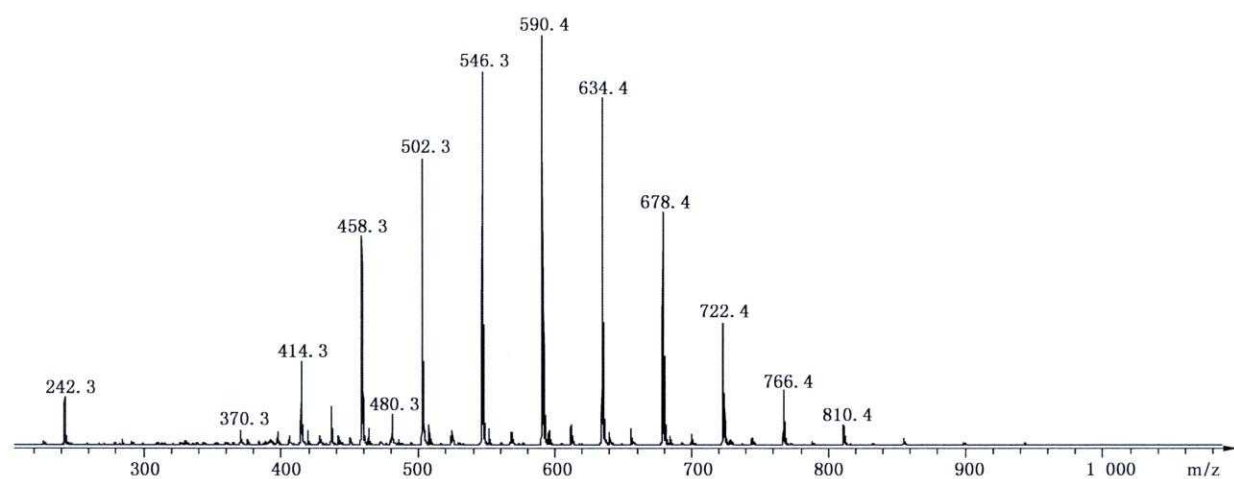


图 B.5 NPEO 质谱图

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
纺织染整助剂中烷基苯酚及烷基苯酚聚  
氧乙烯醚的测定 高效液相色谱/质谱法  
GB/T 23972—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

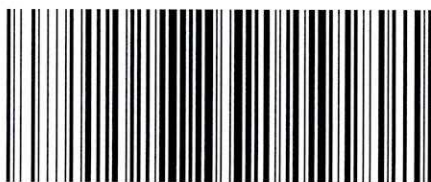
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

\*

书号:155066·1-38646 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 23972-2009

打印日期:2009年10月10日