

气相色谱质谱联用法测定纺织品中的三氯生

GCMS-096

摘要：纺织品样品通过乙酸酐衍生化，异辛烷液 - 液萃取，以气相色谱质谱联用法分析其中三氯生的含量。该方法前处理简单，无干扰，重复性、线性及加标回收率良好。

关键词：纺织品 气相色谱质谱联用法 三氯生

三氯生 (TCS) 是一种广谱抗菌剂，可以杀死金黄色葡萄球菌，大肠杆菌和白色念球菌，具有对化脓性球菌、肠道致病菌和真菌的消毒作用，因此被广泛应用于肥皂、牙膏等日用化学品，以及抗菌纺织品之中。三氯生对皮肤无刺激性，毒性分级属于低毒，在环境中可以迅速分解代谢，被认为是一种高效安全抗菌消毒剂。但它在使用中通过化学反应，会间接生成致癌物质。根据美国弗吉尼亚理工大学 Dr. Peter Vikesland 的研究，三氯生会和自来水处理过程中残留在水中的氯气反应，生成氯仿。由于氯仿被美国环保署标为可能致癌物质，所以一些消费者组织和美国国会议员要求禁止在杀菌产品中添加这种化合物。美国食品药品监督管理局等相关部门正在重新评估三氯生的安全性。目前各国纷纷立法对三氯生的使用进行限制，其限制范围逐步由日用化工产品、洗涤用品扩展到食品接触材料和纺织品，挪威颁布的 PoHS 指令中明确规定了纺织品中三氯生含量不得超过 10 mg/kg。

三氯生的测定主要采用液相色谱法，但该方法检出限较高。本文通过乙酸酐进行衍生化反应，异辛烷液 - 液萃取，建立了气相色谱质谱法分析纺织品中三氯生，方法操作简单、无干扰、定量准确。

实验部分

1.1 仪器

日本岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

GCMS 条件：

色谱柱：Rtx-5MS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：150°C 20°C /min 280°C (5min)

载气：He 恒线速度控制

线速度：38.0 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：30 : 1

进样量：1 μL

进样口温度：250°C

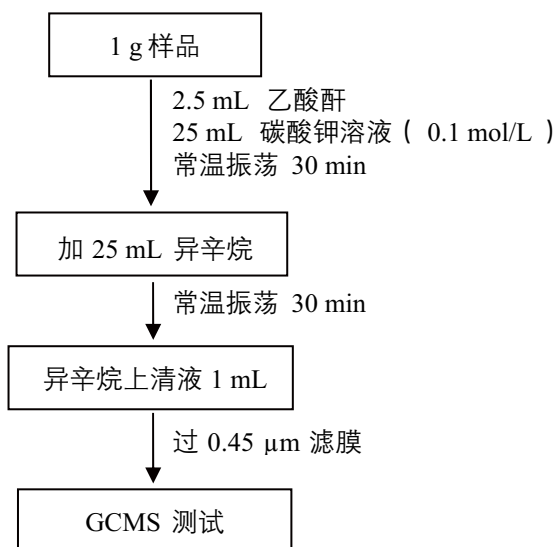
离子源温度：200°C

色谱 - 质谱接口温度：260°C

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。

样品的制备

将纺织品样品剪碎成小于 4mm × 4mm 小片。



■ 结果讨论

3.1 三氯生标准品衍生物色谱图

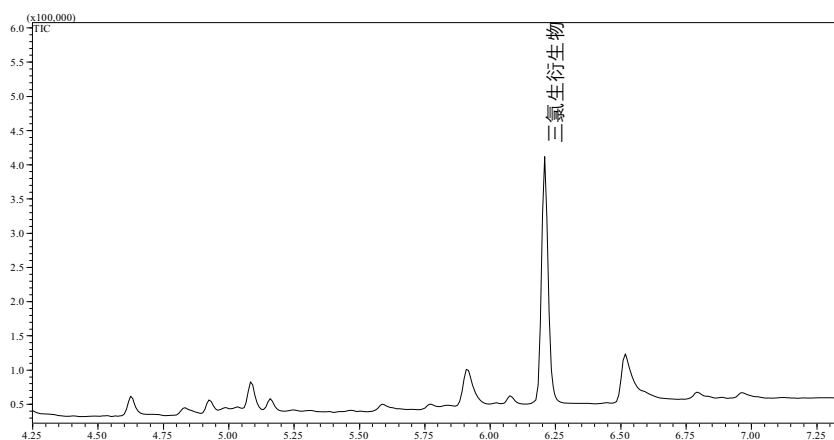


图 1 三氯生标准品衍生物 TIC 图

3.2 重复性测试

将三氯生标准品衍生物溶液（浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ ）连续进样 6 次，考察仪器精密度。峰面积的 RSD 为 4.10%，保留时间的 RSD 为 0.014%。重复性测试结果见表 1。

表 1 重复性测试结果(n=6)

序号	峰面积	保留时间
1	26,941	6.216
2	28,858	6.217
3	28,005	6.216
4	28,079	6.217
5	26,373	6.218
6	29,468	6.218
RSD(%)	4.10	0.014

3.2 标准曲线

将三氯生标样配制成标准储备液，依此标准储备液配制出系列浓度为 1、5、10、40、80 $\mu\text{g/mL}$ 。经衍生化后，以 SIM 方式采集，选择离子见表 2，标准曲线如下所示，相关系数为 0.9997。以三倍噪声计算检出限，以十倍噪声计算定量限，检出限和定量限见表 2。

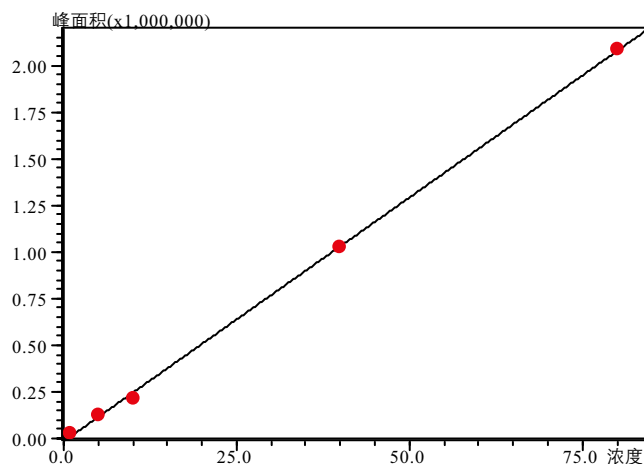


图2 三氯生衍生物标准曲线图

表2 三氯生衍生物选择离子、检出限、定量限

名称	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
三氯生衍生物	288	330, 290, 218	0.48	1.61

3.3 回收率测试

分别取纺织品空白样品3份，加入三氯生标准溶液，加标浓度为10.0 $\mu\text{g/mL}$ ，按照前述方法处理样品后进行GCMS检测。回收率测定结果见表3。

表3 回收率测定结果

编号	加标浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	实测浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	10.0	8.74	87.4	88.2
2		8.43	84.3	
3		9.30	93.0	

结论

选择乙酸酐衍生化，异辛烷液-液萃取，利用岛津公司的GCMS-QP2010 Ultra气相色谱-质谱联用仪测定纺织品中三氯生，方法操作简单，检测灵敏度高，重复性好，回收率在84%~93%之间，定量限为1.61 mg/kg，完全满足纺织品中三氯生残留检测的要求。