

GCMS 法测定纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯的含量

GCMS-460

摘要： 本文建立了气相色谱质谱联用法测定纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯的分析方法。在 0.02~50 mg/L 范围内建立标准曲线，线性关系良好，相关系数 R 大于 0.9999。取浓度为 0.02 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，1,3- 丙烷磺酸内酯峰面积 RSD 为 1.2%，精密度良好。1,3- 丙烷磺酸内酯的仪器检出限为 0.0062 mg/L。对纺织品样品进行 2.5 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 92.4%。该方法简单快捷，能够准确分析纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯的含量。

关键词： 气相色谱质谱联用法 纺织品 1,3- 丙烷磺酸内酯

1,3- 丙烷磺酸内酯是一种优良的磺酸丙基化试剂，能够在非常温和的条件下，与硫醇、酰胺、酚、醇类物质发生反应，赋予这些化合物亲水性、抗静电性等特性，已广泛用于合成纺织品染料、表面活性剂、光亮剂等。然而，1,3- 丙烷磺酸内酯具有较强的毒性、环境持久性和生物累积性，已被列入 2A 类致癌物。添加于纺织品中的 1,3- 丙烷磺酸内酯可通过直接或间

接的方式与人接触，从而影响人体健康。

本文参照《SN/T 5340-2021 进出口纺织品 1,3- 丙烷磺酸内酯的测定 气相色谱 - 质谱法》，采用岛津气相色谱 - 质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯含量的测定方法，该方法操作简单，能够准确分析纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱 - 质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：60°C (3 min)_20 °C /min_220°C (3 min)

进样口温度：230°C

进样方式：分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：220°C

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

载气控制模式：恒线速度 (36.5 cm/sec)

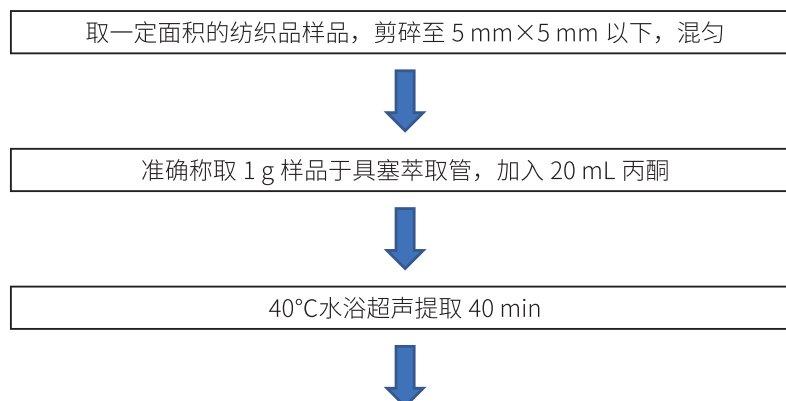
分流比：15:1

离子化方式：EI

色谱质谱接口温度：280°C

采集模式：SIM，离子信息见表 1

■ 样品前处理



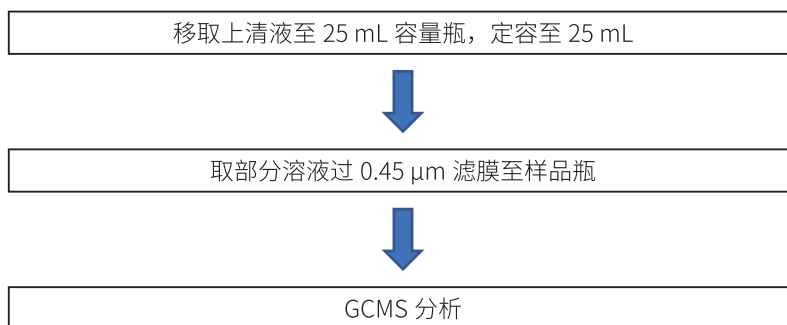


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液谱图

1,3- 丙烷磺酸内酯标准品色谱图如图 2 所示，化合物信息见表 1。

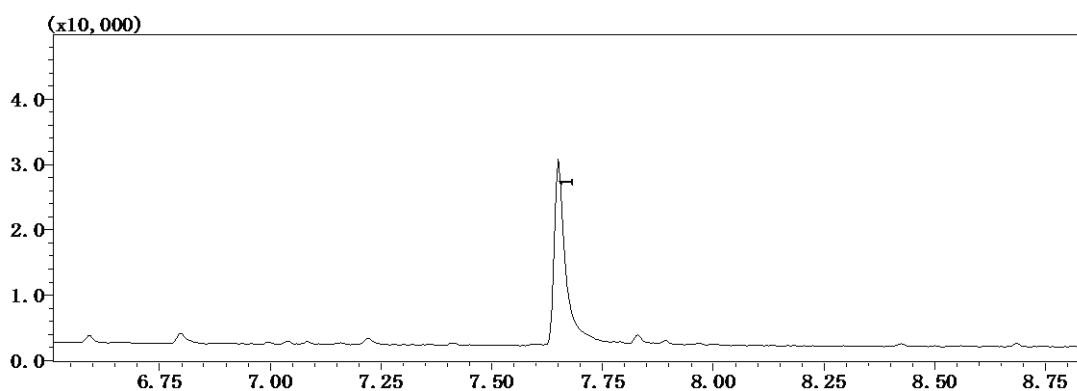


图 2 1,3- 丙烷磺酸内酯标准品色谱图 (1 mg/L)

表 1 1,3- 丙烷磺酸内酯信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS	保留时间 (min)	定量离子	定性离子
1	1,3- 丙烷磺酸内酯	1,3-propanesultone	1120-71-4	7.650	58	57, 65, 122

3.2 标准曲线和检出限

使用丙酮配制标准系列溶液，1,3- 丙烷磺酸内酯浓度分别为 0.02、0.1、1.0、5.0、10、30、50 mg/L。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，标准曲线如图 3 所示。根据 0.02 mg/L 标准品数据，以 3 倍信噪比计算 1,3- 丙烷磺酸内酯的仪器检出限，检出限见表 2。

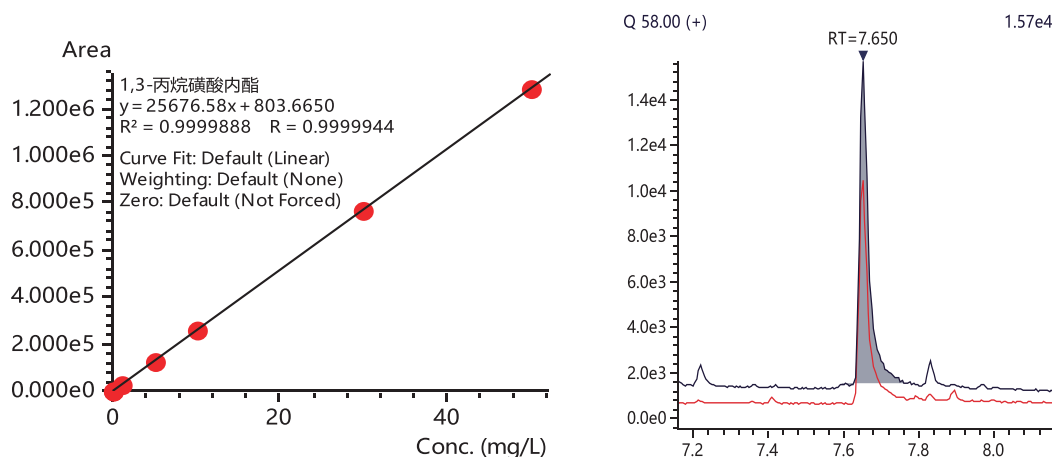


图 3 1,3- 丙烷磺酸内酯标准曲线及质量色谱图 (1.0 mg/L)

表 2 1,3- 丙烷磺酸内酯标准曲线信息及仪器检出限

No.	化合物名称	标准曲线	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)
1	1,3- 丙烷磺酸内酯	$Y=25676.58x+803.6650$	0.9999	0.0062

3.3 重复性实验

取浓度为 0.02 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	1,3- 丙烷磺酸内酯	1161	1146	1134	1129	1124	1136	1.2

3.4 加标回收率

取平行取 1.0 g 的空白纺织品样品 3 份，添加 1,3- 丙烷磺酸内酯标准品，使 1,3- 丙烷磺酸内酯浓度为 2.5 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1 μ L 进样，考察方法的回收率。样品加标回收结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果

No.	化合物名称	加标测定值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	1,3- 丙烷磺酸内酯	2.30	2.45	2.18	92.4

3.5 样品测定

分别取 3 个纺织品样品，按照上述前处理步骤处理，样品测定结果如下，其中黑色无纺布的色谱图见图 4。

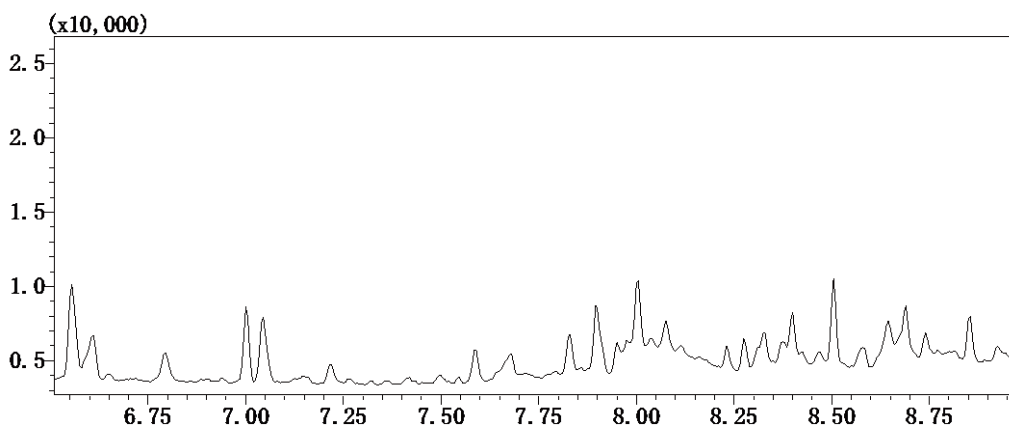


图 4 黑色无纺布色谱图

表 5 样品测定结果 (mg/kg)

No.	化合物名称	白色棉布	白色无纺布	黑色无纺布
1	1,3- 丙烷磺酸内酯	N.D.	N.D.	N.D.

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪，建立了纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯的测定方法。在 0.02~50 mg/L 范围内，1,3- 丙烷磺酸内酯线性良好，相关系数大于 0.9999。取浓度为 0.02 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD 为 1.2%，仪器重复性好。对空白纺织品进行 2.5 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 92.4%。该方法操作简单方便，准确可靠，能够用于纺织品中 1,3- 丙烷磺酸内酯的含量测定。

岛津应用云

