

液质联用法快速测定纺织品中 11 种二苯甲酮类物质

冯徐根, 席永忠, 杨素彬, 周 佳, 杨 萌

(北京市产品质量监督检验研究院 国家纺织及皮革产品质量监督检验中心, 北京 100025)

摘要:为建立液质联用法测定纺织品中二苯甲酮的分析方法,以甲醇为萃取溶剂,采用超声萃取法提取纺织品中 11 种二苯甲酮类物质,优化样品前处理条件和仪器分析条件。结果表明:仪器分析时间 7 min,方法线性范围 0.04~1.28 $\mu\text{g/mL}$,方法检出限 0.8~3.6 mg/kg ,加标回收率 87.2%~101.9%,相对标准偏差 2.6%~7.7%。液质联用法与液相色谱法同时测定样品中的 11 种二苯甲酮类物质相对偏差为 1.3%~4.8%。仪器分析时间短,测定结果可靠,可满足纺织产品中二苯甲酮类物质的检测。

关键词:二苯甲酮;紫外线吸收剂;液质联用仪;纺织品;防晒服装

中图分类号:TS 107.8

文献标志码:A

文章编号:1673-0356(2022)07-0034-07

随着臭氧空洞的影响,导致紫外线增强,防紫外线服装越来越受到人们的青睐,二苯甲酮类物质具有较强的紫外线吸收能力、良好的稳定性和相容性^[1-3],广泛应用于纺织服装紫外线吸收剂,经过防紫外线整理的服装可以增强对紫外线的吸收和散射作用^[4-6],有效地保护使用者免受紫外线的损害。经研究发现,二苯甲酮类物质对人体及动物具有麻醉和刺激作用,会引起内分泌功能障碍甚至导致致癌^[7-9]。

我国国家标准 GB/T 39109—2020《纺织品二苯甲酮类紫外线吸收剂的测定》^[10]提供了纺织品中 11 种二苯甲酮类物质的测定方法。该标准使用液相色谱法测定二苯甲酮类物质,仪器分析时间为 60 min,该方法分析时间较长,经本试验证明液质联用法仪器分析时间仅为 7 min,同时可以满足 11 种二苯甲酮类物质的检测(化学信息详见表 1),可以为实验室缩短该项目的检测周期,以及为实验室提供二苯甲酮类物质的另一种检测确证方法。

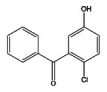
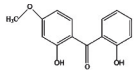
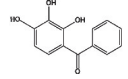
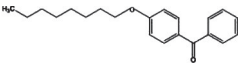
表 1 11 种二苯甲酮类物质化学信息

序号	化合物	缩略名	CAS 号	分子式	相对分子质量	结构式
1	二苯甲酮	BP-1	119-61-9	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}$	182	
2	4-羟基二苯甲酮	BP-2	1137-42-4	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_2$	198	
3	2,4-二羟基二苯甲酮	BP-3	131-56-6	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_3$	214	
4	2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮	BP-4	131-55-5	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_5$	246	
5	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮	BP-5	131-57-7	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_3$	228	
6	2-羟基-4-甲氧基-5-磺酸二苯甲酮	BP-6	4065-45-6	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_6\text{S}$	308	
7	2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮	BP-7	131-54-4	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_5$	274	

收稿日期:2022-03-23

第一作者:冯徐根(1991—),男,汉族,本科,工程师,主要从事纺织及皮革产品检验方法的研究,E-mail:1043587682@qq.com。

续表

序号	化合物	缩略名	CAS号	分子式	相对分子质量	结构式
8	5-氯-2-羟基二苯甲酮	BP-8	85-19-8	C ₁₃ H ₉ ClO ₂	232.5	
9	2,2'-二羟基-4-甲氧基二苯甲酮	BP-9	131-53-3	C ₁₄ H ₁₂ O ₄	244	
10	2,3,4-三羟基二苯甲酮	BP-10	1143-72-2	C ₁₃ H ₁₀ O ₄	230	
11	2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮	BP-11	1843-05-6	C ₂₁ H ₂₆ O ₃	326	

1 试验部分

1.1 仪器与材料

仪器:Agilent 1200-6410B 液质联用仪(安捷伦科技有限公司);Agilent 1260 Infinity 液相色谱仪(安捷伦科技有限公司);JP-040 超声波发生器(深圳市洁盟清洗设备有限公司);HZS-HA 恒温水浴振荡器(哈尔滨市东联电子技术开发有限公司);索氏提取器(国药集团化学试剂有限公司)。

标准物质、试剂和材料:BP-1(标准物质,99.9%,BePure);BP-2(标准物质,99.3%,BePure);BP-3(标准物质,99.9%,BePure);BP-4(标准物质,99.9%,BePure);BP-5(标准物质,99.7%,BePure);BP-6(标准物质,99.6%,BePure);BP-7(标准物质,98.7%,Chemservice);BP-8(标准物质,99.7%,BePure);BP-9(标准物质,98.4%,Chemservice);BP-10(标准物质,98.7%,BePure);BP-11(标准物质,98.9%,Chemservice);甲苯(色谱纯,Fisher Scientific);乙腈(色谱纯,Fisher Scientific);甲醇(色谱纯,国药集团化学试剂有限公司);甲基叔丁基醚(色谱纯,Fisher Scientific);丙酮(色谱纯,Dikma Technologies);四氢呋喃(色谱纯,Fisher Scientific);乙酸乙酯(色谱纯,Fisher Scientific);正己烷(色谱纯,Fisher Scientific);白色锦纶、白色聚酯纤维织物(经检测不含11种二苯甲酮类物质)。

1.2 标准溶液的配制

单种标准储备溶液的配制:分别准确称取0.0400 g的BP-1~BP-11,用色谱纯甲醇定容至10 mL,得到BP-1~BP-11浓度均为4 000 μg/mL的单种标准储备溶液。

混合标准储备溶液的配制:分别准确移取4.0 mL的BP-1~BP-11单种标准储备液,用色谱纯甲醇定容

至100 mL,得到BP-1~BP-11浓度均为160 μg/mL的混合标准储备溶液。准确移取1 mL浓度均为160 μg/mL的混合标准储备溶液至10 mL容量瓶中,用色谱纯甲醇定容,得到BP-1~BP-11浓度均为16 μg/mL的混合标准工作溶液。

标准工作曲线的配制:分别准确移取混合标准工作溶液0.025、0.050、0.100、0.200、0.400、0.800 mL至10 mL棕色容量瓶中,用色谱纯甲醇定容,得到BP-1~BP-11浓度为0.04、0.08、0.16、0.32、0.64、1.28 μg/mL的标准工作溶液。

1.3 阳性样品的制备

市面上防晒服装面料材质多为锦纶和聚酯纤维,所以选择经检测不含11种二苯甲酮类物质的锦纶和聚酯纤维织物制备阳性样品,分别将质量为20 g的锦纶和聚酯纤维织物浸泡在40 mL浓度为160 μg/mL的混合标准储备溶液中,放置于75 °C恒温鼓风干燥箱中干燥3 h,其中每隔15 min使用玻璃棒搅拌样品一次,使二苯甲酮类物质均匀附着在织物样品上。

1.4 仪器分析条件

色谱柱:ZORBAX XDB-C18(50 mm×2.1 mm×5 μm)流速:0.3 mL/min;柱温:30 °C;进样体积:10 μL;流动相A:0.1%(体积分数)甲酸,流动相B:含0.1%(体积分数)甲酸的甲醇-异丙醇混合溶液(甲醇与异丙醇体积比为7:3);梯度洗脱程序:0~1.5 min,A由80%线性降至30%,保持0.5 min;2.0~3.0 min,A由30%线性升至45%,保持0.5 min;3.5~4.5 min,A由45%线性降至15%,保持2.5 min;离子源:ESI;扫描方式:正离子扫描;检测方式:多重反应监测(MRM);电喷雾电压:4 000 V;雾化器压力:40 psi;干燥气温度:350 °C;干燥气流速:11 L/min;定量方法:外标法。

1.5 前处理

将白色锦纶织物剪成 5 mm×5 mm 样块,混匀后准确称取 0.5 g 样品置于具塞玻璃提取器中,加入 30 mL 甲醇,置于 55 °C 超声波发生器中萃取 30 min。萃取液稀释后经 0.45 μm 有机相滤膜过滤,使用 LC-MS/MS 进行分析。

2 结果分析

2.1 阳性样品的均匀性检验

按照前处理方法对阳性样品进行均匀性检验,每个单元为 1.0 g,每个单元在重复条件下测试 2 次,每次 0.5 g,一共测试 20 次,结果见表 2。

表 2 锦纶和聚酯纤维阳性样品均匀性检验结果

物质	锦纶					聚酯纤维				
	MS ₁	MS ₂	F	F _{0.05} (9,10)	平均值 /(mg·kg ⁻¹)	MS ₁	MS ₂	F	F _{0.05} (9,10)	平均值 /(mg·kg ⁻¹)
BP-1	3.17	1.45	2.19	3.02	303.1	3.05	1.39	2.19	3.02	307.2
BP-2	3.34	1.67	2.00	3.02	302.9	2.89	1.44	2.01	3.02	303.8
BP-3	3.09	1.56	1.98	3.02	305.2	3.21	1.28	2.51	3.02	305.0
BP-4	3.55	1.40	2.54	3.02	307.2	3.42	1.56	2.19	3.02	302.8
BP-5	3.21	1.43	2.24	3.02	309.6	3.29	1.40	2.35	3.02	306.4
BP-6	2.98	1.29	2.31	3.02	304.3	3.38	1.46	2.32	3.02	303.1
BP-7	3.14	1.28	2.44	3.02	301.4	3.51	1.37	2.56	3.02	302.6
BP-8	3.11	1.23	2.52	3.02	302.0	3.60	1.28	2.80	3.02	299.5
BP-9	3.09	1.18	2.61	3.02	305.8	3.69	1.30	2.84	3.02	302.7
BP-10	3.06	1.13	2.70	3.02	308.3	3.77	1.51	2.50	3.02	305.4
BP-11	3.10	1.22	2.91	3.02	302.3	3.67	1.45	2.62	3.02	302.6

采用 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》中的 4.2 单因子方差分析方法进行样品的均匀性检验。单因子方差分析结果表明,锦纶和聚酯纤维阳性样品中 11 种二苯甲酮类物质检测值的均匀性检验统计量 F 计算值小于 F 临界值[F_{0.05}(9, 10)],可以得出结论:锦纶和聚酯纤维织物阳性样品中 11 种二苯甲酮物质的量值是均匀的。

2.2 前处理的优化

2.2.1 萃取方式的比较

水浴振荡萃取、超声波萃取和索氏提取是纺织品化学限量物质的 3 种常见萃取方式,以甲醇为萃取溶剂,对锦纶和聚酯纤维阳性样品进行前处理,对比在 55 °C 水浴振荡萃取 30 min 和 55 °C 超声波水浴萃取 30 min 以及 80 °C 索氏提取 20 次回流的提取效率差异,确定最佳萃取方式,提取效率以不同方法检测值与均匀性检验平均值之比表示。

由图 1~2 可以看出,水浴振荡萃取方式的提取效率最低,锦纶阳性样品中索氏提取萃取方式的 BP-1、BP-5、BP-7、BP-8、BP-9 和 BP-10 较超声萃取方式提取效率更高,聚酯纤维阳性样品中,BP-1 较超声萃取方式提取效率更高,其余物质的提取效率均低于超声萃取方式,综合考虑索氏提取耗时较长、提取步骤繁琐、

溶剂使用量较大,不易于日常大批量检测,所以本试验以超声萃取为最佳萃取方式。

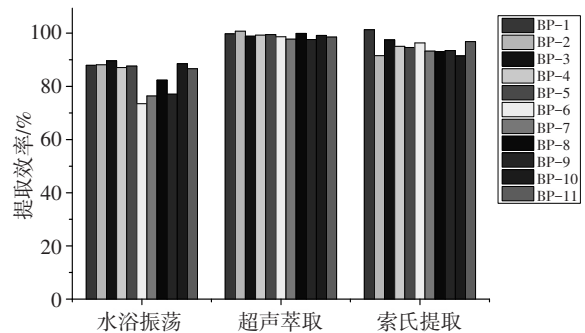


图 1 不同萃取方式对锦纶阳性样品中 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响

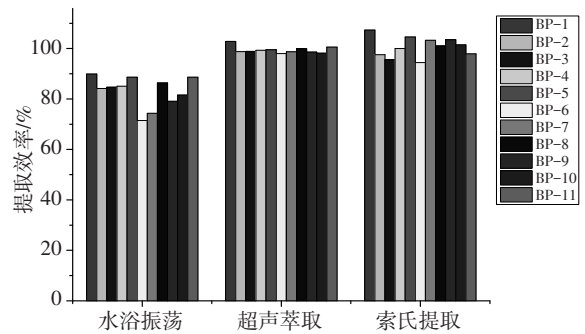


图 2 不同萃取方式对聚酯纤维阳性样品中 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响

2.2.2 萃取溶剂的选择

分别使用甲醇、乙腈、正己烷、乙酸乙酯、丙酮、甲基叔丁基醚、甲苯、四氢呋喃作为萃取溶剂,在 55 ℃超

声波水浴中萃取锦纶和聚酯纤维阳性样品 30 min,比较不同萃取溶剂对 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响。

表 3 不同萃取溶剂对锦纶中 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响

物质	提取效率/%							
	甲醇	乙腈	正己烷	乙酸乙酯	丙酮	甲基叔丁基醚	甲苯	四氢呋喃
BP-1	102.8	86.3	87.7	84.4	86.7	89.6	88.3	82.3
BP-2	98.8	90.9	83.0	83.5	83.4	85.5	82.5	84.2
BP-3	98.8	87.5	75.1	79.8	86.5	83.4	79.1	85.5
BP-4	99.3	91.3	82.0	85.8	88.0	84.3	74.0	81.2
BP-5	99.5	90.6	77.2	84.4	86.1	83.8	84.4	82.0
BP-6	100.2	86.4	76.5	81.2	88.5	85.2	79.5	84.2
BP-7	98.8	89.6	79.5	79.2	84.2	77.0	79.0	86.6
BP-8	99.9	83.2	82.8	83.6	84.5	81.7	82.1	83.9
BP-9	98.6	88.2	81.9	78.0	89.4	85.4	81.4	81.5
BP-10	98.2	87.1	75.8	80.9	88.9	83.6	79.7	89.6
BP-11	100.5	86.2	86.3	84.5	87.2	92.4	89.5	89.4

表 4 不同萃取溶剂对聚酯纤维中 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响

物质	提取效率/%							
	甲醇	乙腈	正己烷	乙酸乙酯	丙酮	甲基叔丁基醚	甲苯	四氢呋喃
BP-1	99.8	89.1	86.1	80.1	84.4	84.3	85.3	85.4
BP-2	100.8	89.7	79.6	81.3	85.6	81.5	79.8	83.4
BP-3	98.8	90.4	82.5	82.1	89.0	79.8	77.8	84.7
BP-4	99.3	93.9	84.5	81.2	85.7	81.6	82.3	78.3
BP-5	99.5	91.6	80.8	85.7	83.2	79.8	81.8	81.2
BP-6	101.2	95.4	83.2	81.1	82.5	81.7	80.0	79.6
BP-7	97.8	92.3	84.1	74.7	87.6	74.5	83.5	83.3
BP-8	99.9	84.5	84.3	80.9	82.7	77.6	84.3	84.2
BP-9	97.6	88.9	85.4	76.4	85.8	80.5	79.9	78.8
BP-10	99.2	88.8	79.7	84.3	85.8	76.7	76.6	87.5
BP-11	98.5	90.7	83.4	82.0	85.4	88.7	86.7	85.7

由表 3~4 可以看出,使用甲醇作为萃取溶剂时,11 种二苯甲酮类物质均可以得到较好的提取效率,所以本试验确定甲醇为最佳萃取溶剂。

2.2.3 萃取温度的确定

以甲醇为萃取溶剂,分别测定萃取温度为 25、35、45、55、65 ℃时锦纶和聚酯纤维阳性样品中 11 种二苯甲酮类物质的提取效率,比较不同萃取温度对 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响。

由图 3~4 所示,萃取温度由 25 ℃至 55 ℃,11 种二苯甲酮类物质的提取效率均呈现明显上升趋势,55 ℃至 65 ℃提取效率基本无显著变化。综合考虑到甲醇的沸点为 64.7 ℃,过高的温度会造成萃取溶剂挥发,所以本试验确定 55 ℃为最佳萃取温度。

2.2.4 萃取时间的确定

以甲醇为萃取溶剂,在超声温度 55 ℃下分别测定

萃取时间为 10、20、30、40 和 50 min 的锦纶和聚酯纤维阳性样品中 11 种二苯甲酮类物质的提取效率,比较不同萃取时间对 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响。

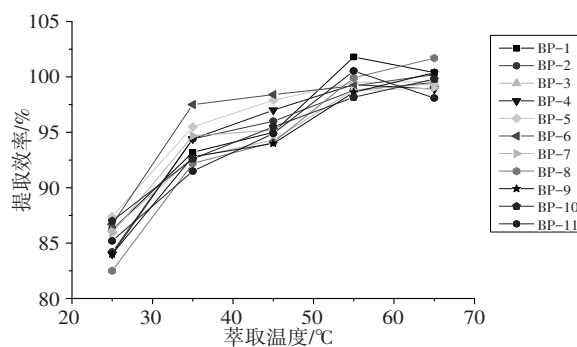


图 3 萃取温度对锦纶阳性样品中 11 种二苯甲酮类物质提取效率的影响

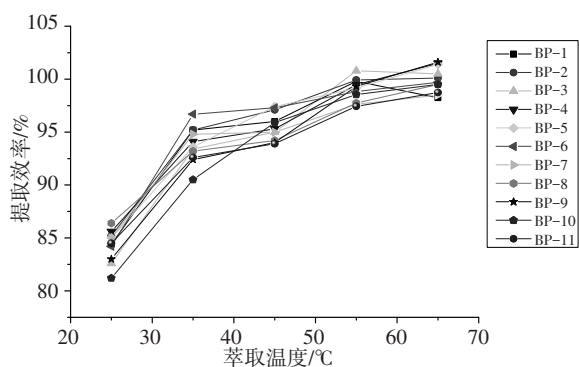


图4 萃取温度对聚酯纤维阳性样品中11种二苯甲酮类物质提取效率的影响

由图5~6所示,萃取时间由10 min至30 min,11种二苯甲酮类物质的提取效率均呈显著增长趋势,30 min至50 min提取效率基本无明显变化,所以本试验确定30 min为最佳萃取时间。

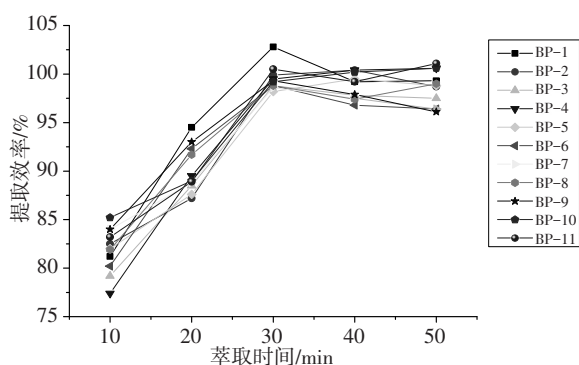


图5 萃取时间对锦纶阳性样品中11种二苯甲酮类物质提取效率的影响

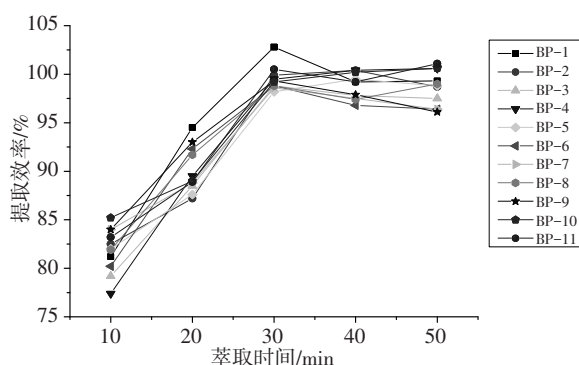


图6 萃取时间对聚酯纤维阳性样品中11种二苯甲酮类物质提取效率的影响

2.3 仪器的优化

使用ESI源分别在正离子和负离子模式下对11种二苯甲酮类物质进行质谱全扫描。结果表明:在ESI源正离子模式下,11种二苯甲酮类物质质谱响应更强,因此电离方式选择正离子模式。

在正离子模式下对11种二苯甲酮类物质进行全扫描,准分子离子 $[M+H]^+$ 为最高响应强度离子,将其选为母离子后使用选择离子扫描模式优化碎裂电压。采用子离子扫描方式对二级质谱进行分析,选择丰度较强并且干扰较少的子离子分别作为定量离子和定性离子,进一步优化碰撞能量,使各物质的特征碎片离子强度达到最大,使用多重反应监测模式(MRM)扫描11种二苯甲酮类物质,MRM色谱图如图7所示,质谱参数见表5。

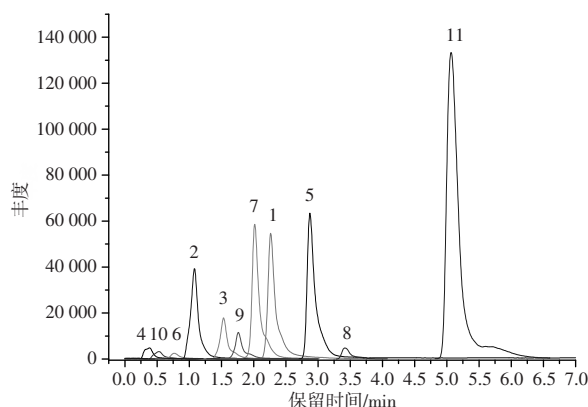


图7 纺织品中11种二苯甲酮类物质MRM色谱图

表5 纺织品中11种二苯甲酮类物质质谱参数

物质	母离子 m/z	子离子 m/z	碎裂电压/V	碰撞能量/eV
BP-1	183	105*, 77	90	10,35
BP-2	199	121*, 93	100	10,20
BP-3	215	137*, 105	100	15,15
BP-4	247	137*, 81	110	10,30
BP-5	229	151*, 105	110	15,15
BP-6	309	231*, 135	130	20,30
BP-7	275	151*, 95	110	10,35
BP-8	233	155*, 127	110	15,25
BP-9	245	121*, 151	110	10,15
BP-10	231	105*, 153	110	15,15
BP-11	327	215*, 137	130	15,25

注:*为定量离子。

2.4 方法线性关系及检出限

以11种二苯甲酮类物质的浓度为横坐标,色谱峰峰面积为纵坐标绘制标准曲线,线性相关系数0.9854~0.9961。方法检出限采用试剂空白添加标准溶液完成前处理步骤后进行仪器分析,当 $S/N=3$ 时所对应的浓度为方法检出限,本方法的检出限为0.8~3.6 mg/kg,结果见表6。

表6 纺织品中11种二苯甲酮类物质的标准曲线及检出限

物质	线性方程	相关系数	线性范围 /($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	检出限 /($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)
BP-1	$y = 25\,461.5x + 8\,030.4$	0.995 1	0.04~1.28	2.5
BP-2	$y = 42\,749.8x + 16\,458.8$	0.994 8	0.04~1.28	1.2
BP-3	$y = 17\,484.8x + 9\,487.3$	0.993 1	0.04~1.28	2.3
BP-4	$y = 4\,103.3x + 1\,408.0$	0.988 4	0.04~1.28	0.8
BP-5	$y = 47\,391.2x + 13\,020.6$	0.992 8	0.04~1.28	1.5
BP-6	$y = 23\,711.4x + 7\,681.0$	0.994 4	0.04~1.28	3.6
BP-7	$y = 59\,203.9x + 10\,478.2$	0.994 5	0.04~1.28	1.1
BP-8	$y = 7\,851.2x + 1\,859.0$	0.985 4	0.04~1.28	2.8
BP-9	$y = 12\,117.8x + 9\,422$	0.994 9	0.04~1.28	2.0
BP-10	$y = 6\,033.3x + 1\,194.6$	0.992 6	0.04~1.28	2.2
BP-11	$y = 207\,205.3x + 74\,825.0$	0.996 1	0.04~1.28	1.3

2.5 回收率与精密度

回收率采用基体标准加入法,分别选取白色锦纶织物和白色聚酯纤维织物作为基体,添加3个水平,分别为80.0、320.0、640.0 mg/kg,每个水平平行测定7次,结果表明:锦纶样品回收率为92.3%~99.8%,相对标准偏差为2.7%~7.7%,聚酯纤维样品回收率为87.2%~101.9%,相对标准偏差为2.6%~7.1%,满足日常检测要求,结果见表7。

2.6 液质联用法与液相色谱法测定结果的比较

通过上述仪器分析条件的优化,确定了最佳仪器分析条件,使用国家标准中的前处理方法对锦纶和聚酯纤维阳性样品进行前处理后,同时采用液质联用法和国家标准中的液相色谱法测定样品中11种二苯甲酮类物质,统计结果见表8。

表7 纺织品中11种二苯甲酮类物质的回收率与精密度

物质名称	添加量 80.0 mg/kg				添加量 320.0 mg/kg				添加量 640.0 mg/kg			
	锦纶		聚酯纤维		锦纶		聚酯纤维		锦纶		聚酯纤维	
	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%
BP-1	92.4	6.9	93.0	5.6	94.5	6.6	94.4	4.5	95.2	4.6	96.9	3.1
BP-2	93.6	5.4	90.9	6.4	95.5	6.0	92.0	5.3	97.1	4.3	100.2	3.6
BP-3	93.8	7.7	90.6	6.6	94.5	5.5	95.1	6.0	96.0	4.9	99.2	4.0
BP-4	95.1	7.2	91.8	7.0	96.2	6.1	97.3	5.2	96.8	4.0	97.0	3.9
BP-5	93.0	6.7	89.5	5.9	95.9	5.7	96.3	4.8	98.4	2.7	98.5	3.2
BP-6	93.0	7.1	91.2	5.6	94.9	6.3	95.3	5.1	96.8	3.8	97.9	2.6
BP-7	92.3	5.9	90.8	6.2	92.9	4.9	93.4	4.7	95.9	3.0	98.1	3.2
BP-8	93.4	7.9	91.1	6.7	94.5	7.0	96.0	5.7	96.6	3.4	99.5	2.8
BP-9	94.0	7.0	87.2	7.1	97.4	6.1	97.1	3.9	99.8	4.7	101.9	3.9
BP-10	93.8	6.4	90.0	7.1	94.4	5.2	96.1	4.8	97.2	4.3	99.6	3.7
BP-11	94.2	5.9	91.4	6.5	92.5	5.7	95.6	5.4	96.4	3.9	97.8	2.9

表8 液质联用法和液相色谱法同时测定锦纶、聚酯纤维阳性样品中11种二苯甲酮类物质结果

物质名称	锦纶			聚酯纤维		
	液质联用法	液相色谱法	相对偏差/%	液质联用法	液相色谱法	相对偏差/%
BP-1	304.2	313.5	3.0	306.5	319.2	4.1
BP-2	301.2	312.5	3.7	302.9	317.5	4.7
BP-3	306.5	314.2	2.5	301.2	309.2	2.6
BP-4	309.7	316.4	2.1	298.5	313.2	4.8
BP-5	308.9	318.5	3.1	304.8	318.7	4.5
BP-6	302.7	314.2	3.7	301.4	307.6	2.0
BP-7	305.7	319.9	4.5	305.2	316.2	3.5
BP-8	300.5	313.5	4.3	300.4	311.4	3.6
BP-9	307.2	312.4	1.7	307.1	311.2	1.3
BP-10	310.2	303.2	2.3	303.0	316.0	4.2
BP-11	305.5	314.2	2.8	308.5	318.8	3.3

由表8可以看出,液质联用法与液相色谱法同时测定锦纶和聚酯纤维样品中11种二苯甲酮类物质的结果相对偏差为1.3%~4.8%,结果一致性较好,可作为液相色谱法的一种确证手段。

3 结 论

通过比较萃取方式、萃取溶剂、萃取温度及萃取时间的变化对11种二苯甲酮类物质测定结果的影响,确定了最佳前处理条件。通过对液质联用仪进样口温度、脉冲压力、离子源温度及四极杆温度的优化,确定了最佳仪器分析条件。11种二苯甲酮类物质的含量在0.04~1.28 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 线性范围内具有良好的线性关系,方法检出限0.8~3.6 mg/kg ,加标回收率87.2%~101.9%,相对标准偏差2.6%~7.7%,液质联用法与液相色谱法同时测定锦纶和聚酯纤维样品结果相对偏差1.3%~4.8%。试验结果表明,本方法仪器分析时间短,回收率高,重复性好,结果可靠,适用于纺织产品中二苯甲酮类物质的检测。

参考文献:

[1] 朱峰,林金美,裴德君,等.HPLC-MS/MS法同时测定纺织

- 品中八种二苯甲酮类化合物[J].印染,2019,45(2):46-50.
- [2] 张海焯,郝建金.防晒服装产品质量安全风险监测分析[J].质量与认证,2016(12):80-82.
- [3] 蒋岩岩.防晒服装产品质量状况分析与对策[J].中国标准化,2018(S1):91-95.
- [4] 张瑞莲,林树宝.浅析防晒衣质量现状与提升策略[J].质量探索,2019,16(3):65-70.
- [5] H.P.Haerri,D.Maenzi,刘丽雅.紫外线吸收剂在防晒织物中的应用[J].国际纺织导报,2001(1):77-83.
- [6] 保琦蓓,傅科杰,胡峰,等.高效液相色谱法同时测定纺织品中11种二苯甲酮类紫外吸收剂[J].理化检验(化学分册),2020,56(5):511-518.
- [7] 文韵漫,张亚宁,杨坚.GC-MS/MS法测定食品包装材料印刷油墨中光引发剂二苯甲酮和4-甲基二苯甲酮[J].包装工程,2012,33(15):6-9,15.
- [8] 徐文泱,陈华.气-质联用法同时检测高脂食品中14种光引发剂[J].食品与机械,2018,34(8):54-59.
- [9] 朱惠斌,王雪平.气相色谱法测定防晒化妆品中14种防晒剂的含量[J].日用化学工业,2019,49(2):126-131.
- [10] 纺织品二苯甲酮类紫外线吸收剂的测定:GB/T 39109—2020[S].

Rapid Determination of 11 Benzophenones in Textile by LC-MS/MS

FENG Xugen, XI Yongzhong, YANG Subin, ZHOU Jia, YANG Meng

(National Textile and Leather Products Quality Supervision Testing Center,

Beijing Product Quality Supervision and Inspection Institute, Beijing 100025, China)

Abstract: To establish the measuring method for determination of benzophenones in textile by LC-MS/MS, methanol was used as the extraction solvent and ultrasonic extraction was used to extract 11 kinds of benzophenones in textile. The sample pretreatment conditions and instrument analysis conditions were optimized. The results showed that instrument analysis time was 7 min, the linear range of the method was 0.04~1.28 $\mu\text{g}/\text{mL}$, method detection limit was at the range of 0.8~3.6 mg/kg , the recoveries ranged from 87.2% to 101.9%, and the relative standard deviation was at the range of 2.6%~7.7%. The detection results deviation of the 11 kinds of benzophenones in textile samples was at the range of 1.3%~4.8% by LC-MS/MS method and LC method. The analysis time of the instrument was short and the measurement results were reliable, which could meet the detection of benzophenones in textile products.

Key words: benzophenones; ultraviolet absorbents; LC-MS/MS; textile; UV-protection clothes