

纺织品中禁用偶氮染料检测的固相萃取方法 (Copure® AZO)

《GB/T 17592-2011 纺织品禁用偶氮染料的测定》

一、样品提取

取代表性试样，剪成约 5 mm x 5 mm 的小片，混合。从混合样中称取 1.00 g (精确至 0.01 g) 于 50 mL 具塞玻璃管中，加入 17 mL 预热到 (70±2)°C 的柠檬酸缓冲溶液，将反应器密闭，用力振摇，使所有试样浸于液体中，置于已恒温至 (70±2)°C 的水浴中保温 30 min，使所有的试样充分润湿。然后，打开反应器，加入 3.0 mL 连二亚硫酸钠溶液，并立即密闭振摇，将反应器再置于 (70±2)°C 水浴中保温 30 min，取出后 2 min 内冷却至室温。

二、SPE 柱净化 (Copure® AZO, 60 mL)

(1) 将上述备用液过柱，任其吸附 15 min，用 4 x 20 mL 乙醚分四次洗提反应器中的试样，每次需混合乙醚和试样，然后将乙醚洗液倒入提取柱中，收集乙醚提取液于圆底烧瓶中。

(2) 将上述收集的盛有乙醚提取液的圆底烧杯置于真空旋转蒸发器上，于 35°C 左右的温度低真空下浓缩至近 1 mL，再用缓氮气流去除乙醚溶液，使其浓缩至近干。取 1.0 mL 甲苯定容，供气相色谱 - 质谱分析。

三、仪器条件

GC-MS 条件

色谱柱: HP-5MS(30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或者相当者
进样口: 220°C

升温程序: 40°C (保持 0.5 min)

以 20°C /min 升温至 150°C (保持 1.5 min)

以 15°C /min 升温至 210°C (保持 0.5 min)

以 10°C /min 升温至 250°C (保持 3 min)

载气: 氮气

流速: 0.9 mL/min

进样体积: 1 μL

四、实验结果

表 1 部分 10.0 mg/kg 禁用芳香胺的回收率

化合物	保留时间 (min)	回收率	国标回收率要求
邻甲苯胺	5.492	80.8	>50%
对氯苯胺	6.508	83.8	>70%
2,4-二氨基甲苯	8.367	62.2	>50%
2,4-二氨基苯甲醚	9.307	53.0	>20%
3,3'-二甲基联苯胺	17.110	89.1	>70%

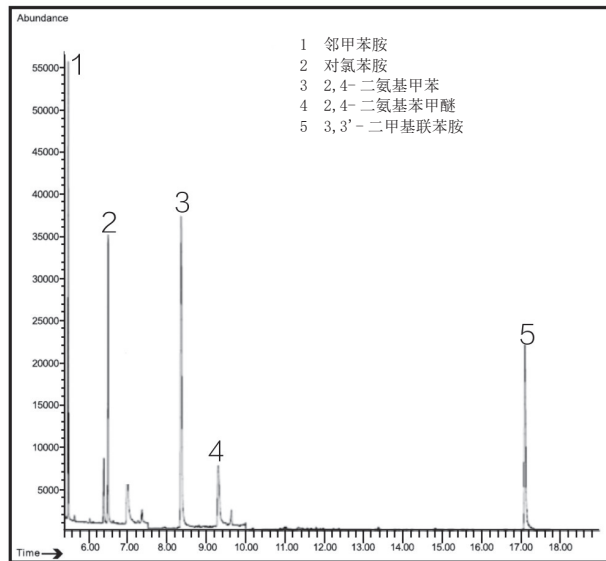


图 1 部分禁用芳香胺总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COAZ0060	Copure® 偶氮染料检测柱, 60 mL	12 支 / 盒
V2-TL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒