



中华人民共和国国家标准

GB/T 20382—2006

纺织品 致癌染料的测定

Textiles—Determination of carcinogenic dyestuffs



2006-05-25 发布

2006-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织品 致癌染料的测定

GB/T 20382—2006

*

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

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 12 千字
2006年12月第一版 2006年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-28432 定价 10.00 元



GB/T 20382-2006

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

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础分会(SAC/TC 209/SC1)归口。

本标准起草单位:天祥集团(Intertek Testing Services)、纺织工业标准化研究所。

本标准主要起草人:王建平、郑宇英、冯可儿、陈志坚、洪晨跃、苏红伟。

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,鼓励使用达到等同或等效程度的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2682 分析实验室用水规格和试验方法

纺织品 致癌染料的测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用高效液相色谱-二极管阵列检测器法(HPLC/DAD)检测经印染加工的纺织产品上可萃取致癌染料(见附录 A)的方法。

本标准适用于经印染加工的纺织产品。

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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

样品经甲醇萃取后,用高效液相色谱-二极管阵列检测器法(HPLC/DAD)对萃取液进行定性、定量测定。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。水,GB/T 6682,二级。

4.1 乙腈(HPLC 级)。

4.2 甲醇(HPLC 级)。

4.3 5%氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液。

4.4 0.002 5 mol/L 磷酸二氢四丁基铵溶液,移取 4 mL 浓度为 1 mol/L 的磷酸二氢四丁基铵(CAS No. 5574-97-0)(tetrabutylammonium dihydrogenphosphate)溶液(市售)于 2 000 mL 容量瓶,以水稀释至刻度,以 5%氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液调节 pH 值至 7.5。

4.5 标准溶液

4.5.1 标准储备溶液(200 mg/L)

配制有效浓度为 200 mg/L 的附录 A 所列的单组分致癌染料标样标准储备甲醇溶液,有效期为一年。

4.5.2 标准工作溶液(2 mg/L)

A 组:从碱性紫 14 标准储备溶液中取 1 mL 置于容量瓶中,用甲醇定容至 100 mL。

B 组:从碱性红 9 标准储备溶液中取 1 mL 置于容量瓶中,用甲醇定容至 100 mL。

C 组:从酸性红 26、直接红 28、分散蓝 1 和分散黄 3 标准储备溶液中各取 1 mL 置于同一容量瓶中,用甲醇定容至 100 mL。

D 组:从直接蓝 6、直接黑 38 和分散橙 11 标准储备溶液中各取 1 mL 置于同一容量瓶中,用甲醇定容至 100 mL。

注:标准储备溶液和标准工作溶液在 4℃下避光保存,并可根据需要配制成其他合适的浓度。标准工作溶液每月配制一次。

5 仪器

- 5.1 50 mL 带旋盖(有聚四氟乙烯垫片)的管状硬质玻璃提取器。
- 5.2 可控温超声波浴(输出功率:420 W,频率:40 kHz),70℃时控温精度为±2℃。
- 5.3 0.45 μm 聚四氟乙烯薄膜过滤头。
- 5.4 玻璃注射器。
- 5.5 带二极管阵列检测器的高效液相色谱仪(HPLC/DAD)。

6 分析步骤

6.1 样品的制备和萃取

取代表性样品剪成 5 mm×5 mm 的碎片,混匀。称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于提取器中。往提取器中准确加入 10 mL 甲醇,旋紧盖子,将提取器置于 70℃ 的超声波浴中萃取 30 min,冷却至室温后,用 0.45 μm 聚四氟乙烯薄膜过滤头将萃取液注射过滤至小样品瓶中,用 HPLC/DAD 分析。

6.2 HPLC/DAD 分析

6.2.1 HPLC/DAD 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱:ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ 5 μm,4.6 mm×250 mm 或相当者;
- b) 流速:0.6 mL/min;
- c) 柱温:50℃;
- d) 检测器:DAD;
- e) 检测波长:200 nm~700 nm;
- f) 定量波长:400 nm、500 nm、540 nm、590 nm 和 640 nm;
- g) 进样体积:20 μL;
- h) 流动相:流动相 A:0.002 5 mol/L 磷酸二氢四丁基铵溶液(4.4);
流动相 B:100%乙腈。
- i) 梯度淋洗程序:见表 1。

表 1 HPLC/DAD 梯度淋洗程序

时间/min	流动相 A/(%)	流动相 B/(%)	递变方式
0	80	20	—
35	0	100	线性
40	0	100	—
45	80	20	线性
55	80	20	—

6.2.2 HPLC/DAD 定性、定量分析

分别取 20 μL 试样溶液和用于 HPLC/DAD 分析的标准工作溶液 A、B、C 和 D(4.5.2) 进行 HPLC/DAD 分析,通过比较试样与标样在规定的检测波长下(见附录 A)色谱峰的保留时间以及紫外-可见(UV-VIS)光谱进行定性,以外标法定量。

注:采用上述分析条件时致癌染料标样的 HPLC/DAD 色谱图参见附录 B。

7 结果计算

本方法测定结果以各种致癌染料的检测结果分别表示,计算方法如式(1):

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V \times F}{A_{is} \times m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X_i ——试样中致癌染料 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 A_i ——试样萃取液中致癌染料 i 的峰面积(或峰高);
 A_{is} ——标准工作溶液中致癌染料 i 的峰面积(或峰高);
 c_i ——标准工作溶液中致癌染料 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 V ——试样萃取液体积,单位为毫升(mL);
 F ——稀释因子;
 m ——试样量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

8 测定低限和精密度

8.1 测定低限

本方法的测定低限为 10 mg/kg。

8.2 精密度

在同一实验室,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测试获得的两次独立测试结果的相对标准偏差不大于 10%。以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

9 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品来源及描述;
- b) 采用的仪器和标准;
- c) 试验结果;
- d) 任何偏离本标准的细节;
- e) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)

致癌染料和 HPLC/DAD 方法的检测波长

表 A.1 致癌染料和 HPLC/DAD 方法的检测波长

序号	染料名称	染料索引号(C. I. No.)	化学文摘编号(CAS No.)	DAD 检测波长/nm
1	酸性红 26	16 150	3761-53-3	500
2	碱性红 9	42 500	25620-78-4	540
3	碱性紫 14	42 510	632-99-5	540
4	直接黑 38	30 235	1937-37-7	590
5	直接红 28	22 120	573-58-0	500
6	直接蓝 6	22 610	2602-46-2	590
7	分散蓝 1	64 500	2475-45-8	590
8	分散黄 3	11 855	2832-40-8	400
9	分散橙 11	60 700	82-28-0	500

附录 B

(资料性附录)

不同检测波长下致癌染料标样的 HPLC/DAD 方法色谱图

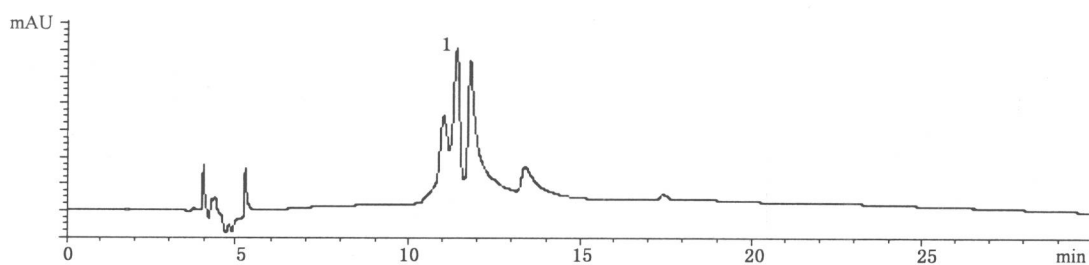


图 B.1 标准工作溶液 A 在 540 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

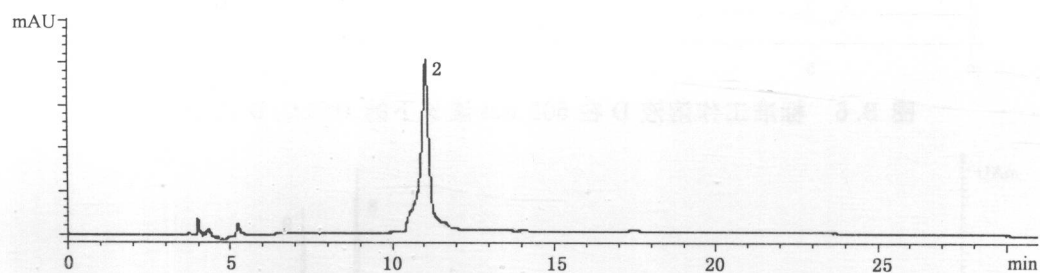


图 B.2 标准工作溶液 B 在 540 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

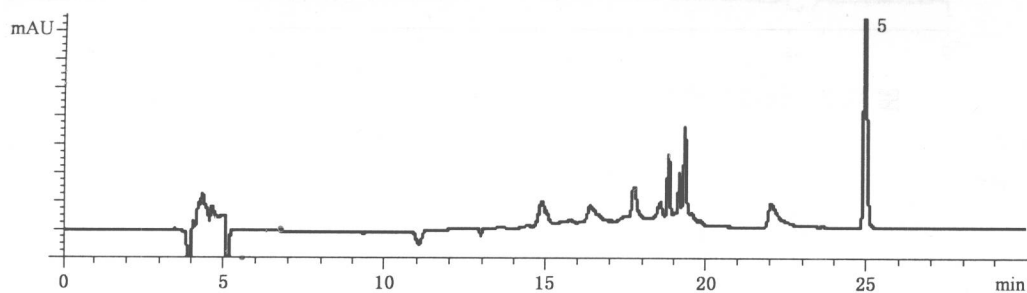


图 B.3 标准工作溶液 C 在 400 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

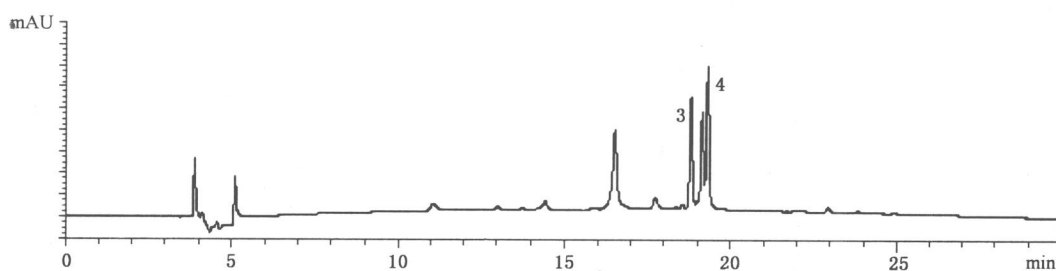


图 B.4 标准工作溶液 C 在 500 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

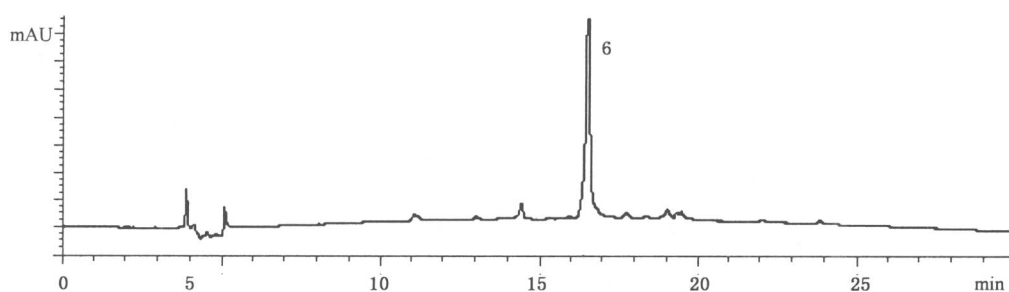


图 B.5 标准工作溶液 C 在 590 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

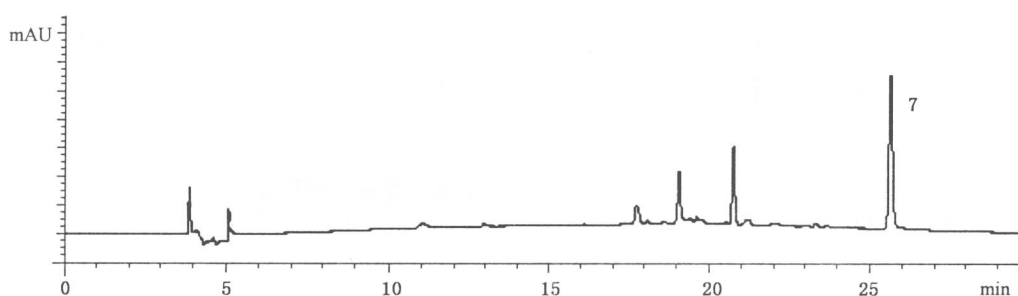


图 B.6 标准工作溶液 D 在 500 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

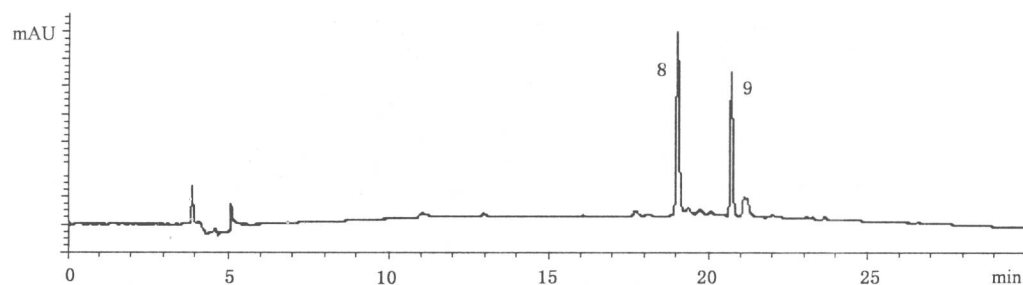


图 B.7 标准工作溶液 D 在 590 nm 波长下的 HPLC/DAD 色谱图

图中：

- 1——碱性红 9；
- 2——碱性紫 14；
- 3——酸性红 26；
- 4——直接红 28；
- 5——分散黄 3；
- 6——分散蓝 1；
- 7——分散橙 11；
- 8——直接蓝 6；
- 9——直接黑 38。