

气相色谱质谱联用法检测纺织品中 4-氨基偶氮苯

GCMS-085

摘要： 纺织品试样在碱性溶液中，水浴 40℃微热进行还原裂解，生成的 4-氨基偶氮苯 (PAAB) 用甲苯提取，以气相色谱质谱联用法进行定性定量分析。

关键词： 纺织品 4-氨基偶氮苯 气相色谱质谱联用法

在轻纺工业产品中，早期使用的某些染料被人体皮肤吸收后，可能在体内分解产生多种有害芳香胺，有致癌或致突变作用，因此已被禁用。随着 GB 18401、Oeko-Tex® Standard 100、Eco-Lable 等多项国内外法规的实施，禁用偶氮染料的检测越来越受到重视。GB/T 17592-2006《纺织品 禁用偶氮染料的测定》列出了 24 种禁用芳香胺。4-氨基偶氮苯是其中的一种，但是按该方法处理样品时，4-氨基偶氮苯会进一步分解成苯胺和对苯二胺。这两种芳香胺可能的来源不仅仅是 4-氨基偶氮苯，因此无法对 4-氨基偶氮苯的含量进行准确检测。

新版的 GB/T 23344-2009《纺织品 4-氨基偶氮苯的测定》改用比较缓和的条件对染料进行还原，避免得到的 4-氨基偶氮苯进一步分解。该法采用内标法定量，操作较为麻烦。另外，同位素内标物葱 -D10 也增加了样品检测成本。

本文参考 GB/T 23344-2009 标准，利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 对纺织品中的 4-氨基偶氮苯进行分析，使用甲苯作萃取剂，外标法定量。空白样品加标回收率、线性关系及重复性好，定量准确，完全满足标准检测的要求。

实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

进样方式：不分流进样

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5MS 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm

进样量：1 μL

进样口温度：280℃

离子源温度：200℃

色谱柱温度：50℃ (0.5min) 20℃ /min 260℃ (5min)

色谱 - 质谱接口温度：280℃

恒线速度：36 cm/sec

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，选择离子见表 1。

表1 4-氨基偶氮苯选择离子

序号	化合物名称	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	4-氨基偶氮苯	197	92 、 120、 77

样品的制备

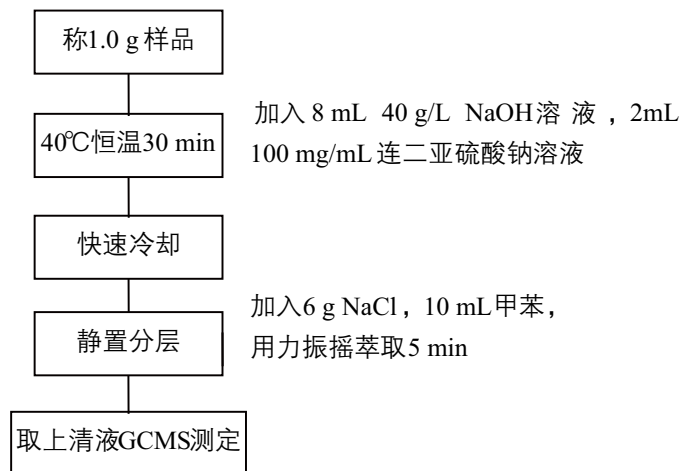


图1 样品制备流程图

结果讨论

3.1 4-氨基偶氮苯的总离子流

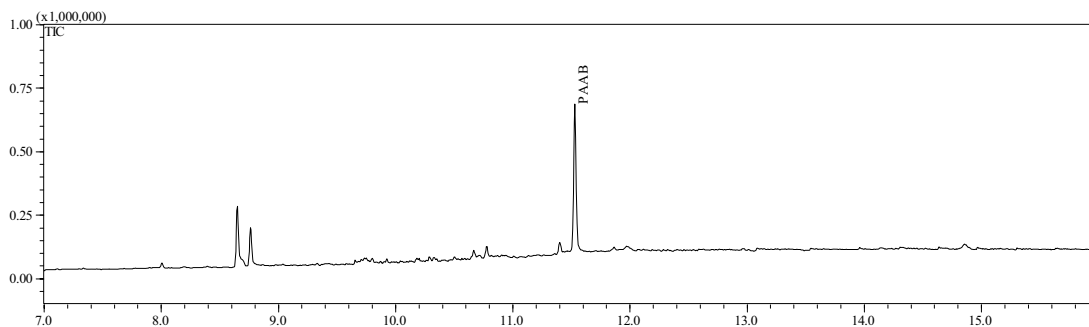


图2 4-氨基偶氮苯 (PAAB) 标准溶液的TIC图

3.2 标准曲线

用甲醇配制浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 mg/L 的 PAAB 标准溶液，进样 1 μ L，以 SIM 方式采集，得到标准曲线如下：

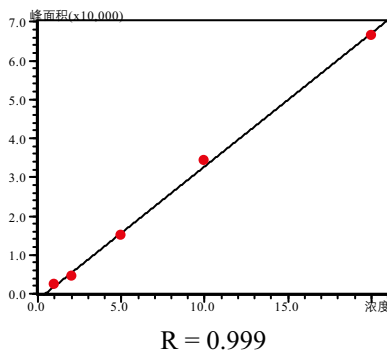


图3 PAAB标准曲线图

3.3 重复性测试

取 2.0 mg/L 的 PAAB 标准溶液进行重复性测试，结果见表 2。

表 2 PAAB 峰面积与保留时间重复性结果(n=6)

序号	峰面积	保留时间
1	4575	11.542
2	4797	11.545
3	4676	11.544
4	4917	11.544
5	4446	11.544
6	4993	11.545
RSD(%)	4.39	0.009

3.4 检出限与定量限

以 3 倍信噪比计算 PAAB 检出限为 0.26 mg/kg。以 10 倍信噪比计算 PAAB 定量限为 0.86 mg/kg。

3.5 回收率测试

称取三份试样各 1.0 g，将 PAAB 标准溶液添加于样品中，添加浓度为 50 mg/kg，按上述方法进行样品前处理，考察方法回收率。回收率测定结果见表 3。加标试样中 PAAB 的平均回收率为 79%，完全满足检测的需要。

表 3 回收率测定结果

化合物名称	回收率 (%)			平均值 (%)
	1	2	3	
PAAB	76	83	79	79

结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪，对纺织品中的 4-氨基偶氮苯进行分析，结果表明线性关系及重复性良好，灵敏度高，定量准确，平均加标回收率为 79%，其检测定量限为 0.86 mg/kg，完全满足 GB/T 23344-2009 中规定测定低限为 5 mg/kg 的检测要求。