

Dikma纺织品检测新国标GB 18401-2010整体解决方案

国家标准化管理委员会推出的新版《国家纺织产品基本安全技术规范》GB 18401-2010, 作为中国纺织行业唯一的一部国家强制性标准的安全法规, 于2011年1月14日起正式生效, 过渡期将于2012年8月1日结束。据了解, 新版《国家纺织产品基本安全技术规范》GB 18401-2010, 其全部技术内容均为强制性, 适用于在中国境内市场生产、销售的所有纺织产品, 新标准的覆盖面更广, 对相关有毒有害物质的控制更加严格, 将提高中国市场准入门槛。

迪马科技一直致力于为纺织品检测提供完善的技术服务, 曾先后推出禁用偶氮染料检测前处理用硅藻土提取柱ProElut AZO, 气相色谱/质谱法检测用毛细管色谱柱, 高效液相色谱法检测用液相色谱柱及其他纺织品检测用相关色谱消耗品。

针对此次新国标的实行, 迪马科技特别推出根据《GB/2912.3-2009 纺织品 甲醛的测定》、《GB/T17952-2011 纺织品 禁用偶氮染料的测定》、《GB/T23344-2009 纺织品 4-氨基偶氮苯的测定》整体解决方案, 供您参考!

一、 GB/T 2912.3-2009 纺织品 甲醛的测定-高效液相色谱法

GB/T 2912《纺织品 甲醛的测定》分为三个部分: 一、游离和水解的甲醛(水萃取法); 二、释放的甲醛(蒸气吸收法); 三、游离水解甲醛或释放甲醛(高效液相色谱法), 迪马科技采用高效液相色谱法测定纺织品中甲醛含量, 相比较于水萃取法和蒸汽吸收法检测灵敏度更高。

1 适用范围

适用于任何形式的纺织品游离水解甲醛或释放甲醛含量的测定。

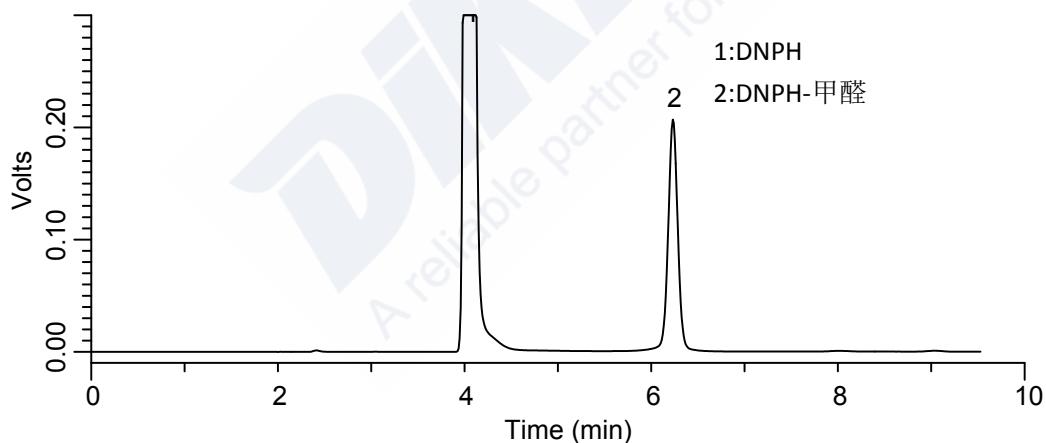
订购电话:	北京: 400-608-7719	上海: 021-6126 3966	广州: 020-8559 3520
	沈阳: 024-2294 3513	天津: 400-633-6606	青岛: 0532-8372 5230
	成都: 028-8661 2625	南京: 025-8347 9007	石家庄: 0311-6668 6220
	济南: 0531-67609520	郑州: 0371-6367 2790	其他地区: 400-633-6606

2 样品准备

从样品上取两块试样剪碎，称取1g，精确至10mg，如果甲醛含量过低，增加试样量至2.5g；将样品放入250mL具塞三角瓶，加100mL水。盖紧塞子，放入(40±2)°C的水浴中振荡(60±5)min；准确移取1.0mL上述样液和2.0mL衍生化试液于10mL具塞试管中，混合均匀后在(60±2)°C水浴中静置反应30min；此溶液冷却至室温后用0.45µm的滤膜过滤，供HPLC/UV或HPLC/DVD分析。

3 HPLC分析条件

色谱柱:	Diamonsil C18(2), 250×4.6 mm, 5 µm (Cat#: 99603)
流动相:	乙腈:水=65:35
流速:	1.0 mL/min
柱温:	30 °C
检测器:	UV 355 nm
进样量:	20 µL



甲醛含量为5 mg/kg液相色谱图

二、GB/T 17952-2011 纺织品 禁用偶氮染料的测定

1 适用范围

订购电话: 北京: 400-608-7719 上海: 021-6126 3966 广州: 020-8559 3520
 沈阳: 024-2294 3513 天津: 400-633-6606 青岛: 0532-8372 5230
 成都: 028-8661 2625 南京: 025-8347 9007 石家庄: 0311-6668 6220
 济南: 0531-67609520 郑州: 0371-6367 2790 其他地区: 400-633-6606

适用于纺织品、皮革等样品中偶氮染料的检测。

2 样品准备

将样品剪成约5 mm × 5 mm 的小片，拌匀。从混合样中称取1.0 g置于反应器中，加入16 mL预热到70 ± 2 °C的柠檬酸盐缓冲溶液(0.06 mol/L, pH 6.0)，将反应器密闭，振摇数次，使试样浸于液体中，置于70 ± 2 °C水浴中保温30 min。向反应器中加入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，取出置于温水中冷却到室温。

3 萃取

用玻璃棒挤压反应器中试样，将反应液全部倒入ProElut AZO 20 mL (Cat.# 62551)静置15 min，用4 × 20 mL乙醚分四次清洗反应器，并将液体转入硅藻土柱进行萃取，控制流速，收集萃取液于250 mL平底烧瓶中。

4 浓缩

35 °C下将萃取液减压浓缩至约1 mL，然后用N₂将浓缩液吹至近干。当使用液相色谱分析时，加入1 mL 50%甲醇水溶液重新溶解分析物；当使用GC/MS 进行分析时，加入1 mL乙酸乙酯重新溶解分析物。

5 GC-MS 分析条件

气相毛细柱：**DM-5MS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (Cat# 8221)**；

进样口温度：250°C；

升温程序：初始温度 60°C（保持 1 min），然后以速率 12°C/min 升温至 210°C，以速率 15°C/min 升温至 230°C，以速率 3°C/min 升温至 250°C；最后以 25°C/min 升温至 280°C。

质谱接口温度：270°C；

质量扫描范围：35amu~350amu；

进样方式：不分流进样；

订购电话： 北京：400-608-7719
沈阳：024-2294 3513
成都：028-8661 2625
济南：0531-67609520

上海：021-6126 3966
天津：400-633-6606
南京：025-8347 9007
郑州：0371-6367 2790

广州：020-8559 3520
青岛：0532-8372 5230
石家庄：0311-6668 6220
其他地区：400-633-6606

载气：氦气；

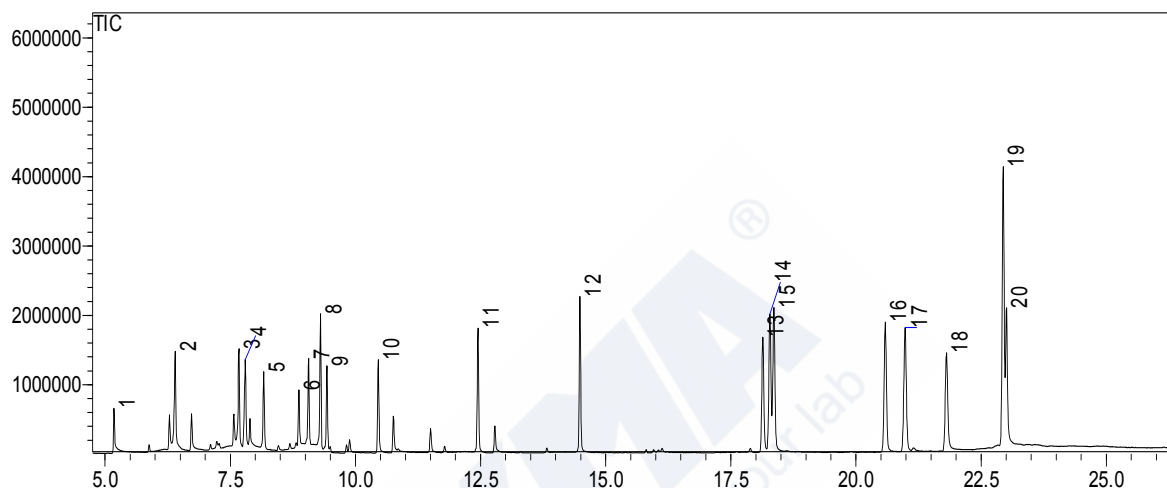
流量：1.0 mL/min；

进样量：1 μ L；

离子化方式：EI；

离子化电压：70eV；

溶剂延迟：3 min。



致癌芳香胺标准物 GC/MS 总离子流色谱图

- | | |
|----------------|--------------------------|
| 1-邻甲苯胺 | 11-4-氨基联苯 |
| 2-2,4-二甲基苯胺 | 12-4,4'-二氨基二苯醚 |
| 3-邻氨基苯甲醚 | 13-联苯胺 |
| 4-对氯苯胺 | 14-4,4'-二氨基二苯甲烷 |
| 5-2-甲氧基-5-甲基苯胺 | 15-3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷 |
| 6-2,4,5-三甲基苯胺 | 16-3,3'-二甲基联苯胺 |
| 7-4-氯邻甲苯胺 | 17-4,4'-二氨基二苯硫醚 |
| 8-2,4-二氨基甲苯 | 18-3,3'-二氯联苯胺 |
| 9-2,4-二氨基苯甲醚 | 19-4,4'-亚甲基-二-(2-氯苯胺) |
| 10-2-萘胺 | 20-3,3'-二甲氧基联苯胺 |

三、GB/T 23344-2009 纺织品 4-氨基偶氮苯的测定

分别采用气相色谱-质谱联用法 (GC / MSD) 和高效液相色谱法 (HPLC / DAD) 测定纺织产品中某些偶氮染料分解出的 4-氨基偶氮苯。

订购电话：
北京：400-608-7719
沈阳：024-2294 3513
成都：028-8661 2625
济南：0531-67609520

上海：021-6126 3966
天津：400-633-6606
南京：025-8347 9007
郑州：0371-6367 2790

广州：020-8559 3520
青岛：0532-8372 5230
石家庄：0311-6668 6220
其他地区：400-633-6606

1 适用范围

适用经印染加工的纺织品中 4-氨基偶氮苯的检测。

2 试样的制备和还原处理

取有代表性样品，剪成约 5 mm×5 mm 的碎片，混匀。从混匀样中称取 1.0 g，精确至 0.01 g，置于具塞反应器中，加入 9.0 mL 氢氧化钠溶液，将反应器密闭，用力振摇，使所有试样浸于液体中。打开塞子，再加入 1.0 mL 连二亚硫酸钠溶液，将反应器密闭，用力振摇，使溶液充分混匀。置于恒温水浴中，保温 30 min。取出后 1 min 内冷却到室温。

3 萃取

3.1 用于气相色谱分析

向上述样液中准确加入 10 mL 蒎-d10 内标液，再加入 7 g 氯化钠，将反应器密闭，用力振摇混匀后于机械振荡器中振摇 45 min，静置，待两相分层后，取上层清液进行 GC/MSD 分析。

3.2 用于高效液相色谱分析

向上述反应器中加入 10 mL 叔丁基甲醚，再加入 7 g 氯化钠，将反应器密闭，用力振摇混匀后于机械振荡器中振摇 45 min，静置，待两相分层后，取上层清液过 0.45 μm 有机滤膜后进行 H PLC / DAD 分析。

4 色谱分析方法

4.1 GC / MSD 分析条件

气相毛细柱：**DM-5MS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (Cat# 8221)**;

进样口温度：250℃;

柱温：50℃(保持 0.5 min)，然后以 20℃/min 升至 260℃(保持 5 min);

订购电话：
北京：400-608-7719
沈阳：024-2294 3513
成都：028-8661 2625
济南：0531-67609520

上海：021-6126 3966
天津：400-633-6606
南京：025-8347 9007
郑州：0371-6367 2790

广州：020-8559 3520
青岛：0532-8372 5230
石家庄：0311-6668 6220
其他地区：400-633-6606

质谱接口温度：280℃；

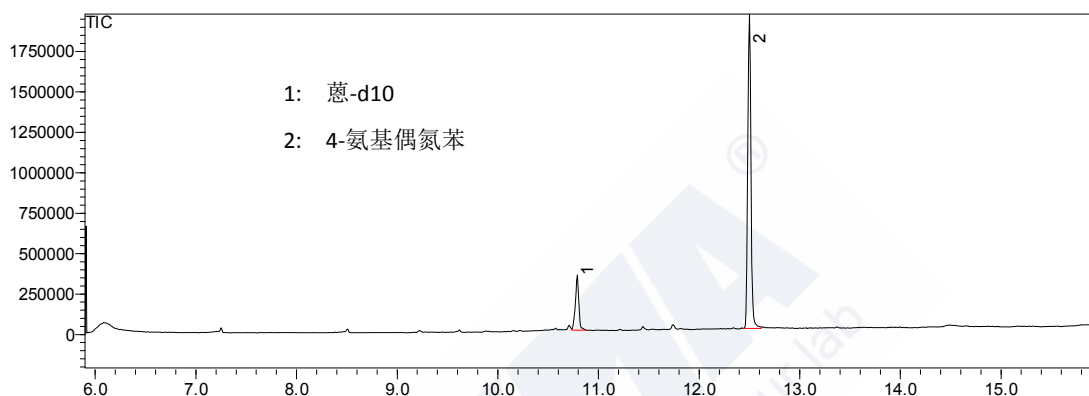
质量扫描方式：定性分析使用全扫描(scan)方式；定量分析使用选择离子(sim)方式，监测离子为：4-氨基偶氮苯 197 u，葱-d10 内标 188 u；

进样方式：不分流进样；

载气：氦气(≥99.999%)，流量：1.0 mL/min；

进样量：1μL；

电离方式：EI, 70 eV



4-氨基偶氮苯和葱-d10 内标物的 GC/MS 总离子流色谱图

4.2 液相分析条件

色谱柱:	Diamonsil C18(2), 250×4.6 mm, 5 μm (Cat#: 99603)
流动相:	A: 乙腈, B: 0.1%磷酸水溶液
流速:	1.0 mL/min
柱温:	40 °C
检测器:	UV 240 nm, UV 380 nm
进样量:	20 μL

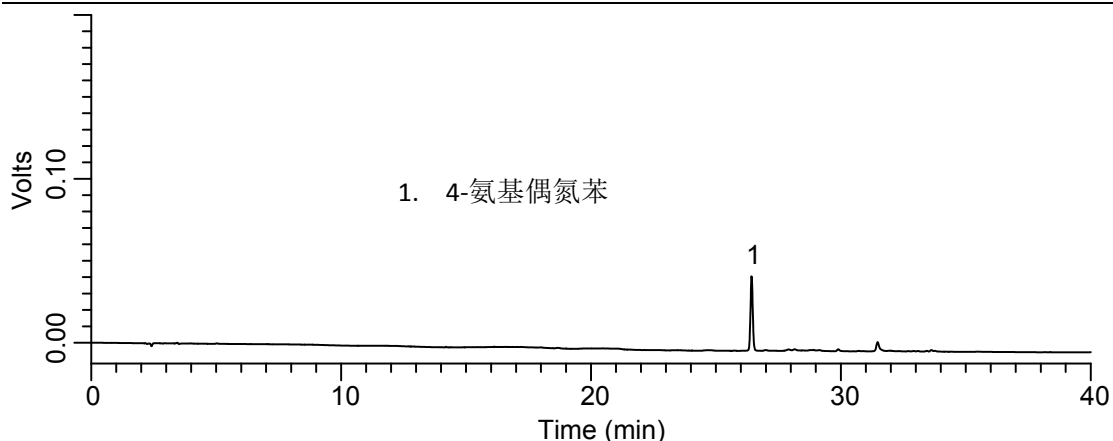
梯度

时间 min	0	3	30	35	40	50
A%	10	10	90	90	10	10
B%	90	90	10	10	90	90

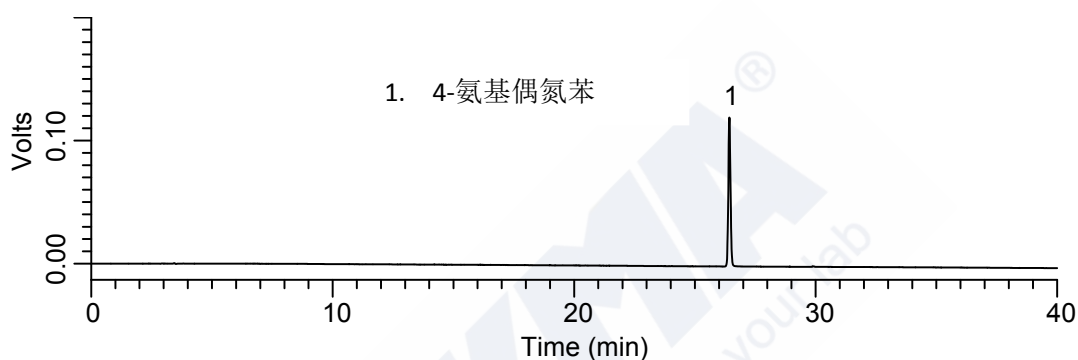
订购电话：北京：400-608-7719
沈阳：024-2294 3513
成都：028-8661 2625
济南：0531-67609520

上海：021-6126 3966
天津：400-633-6606
南京：025-8347 9007
郑州：0371-6367 2790

广州：020-8559 3520
青岛：0532-8372 5230
石家庄：0311-6668 6220
其他地区：400-633-6606



4-氨基偶氮苯高效液相色谱图 (UV 240 nm)



4-氨基偶氮苯高效液相色谱图 (UV 380 nm)

方法中相关产品信息:

货号	名称	规格
样品前处理		
62551	禁用偶氮染料专用硅藻土提取柱 ProElut AZO	20mL, 50/pkg
4802	禁用偶氮染料专用硅藻土提取柱 架子	1/pkg
37180	针头式过滤器 Nylon	13mm,0.45µm 100/pk
色谱柱及保护柱		
8221	毛细管气相色谱柱 DM-5MS	30m×0.25mm×0.25µm
99603	反相高效液相色谱柱 Diamonsil C18(2)	250 × 4.6 mm, 5 µm

订购电话: 北京: 400-608-7719
沈阳: 024-2294 3513
成都: 028-8661 2625
济南: 0531-67609520

上海: 021-6126 3966
天津: 400-633-6606
南京: 025-8347 9007
郑州: 0371-6367 2790

广州: 020-8559 3520
青岛: 0532-8372 5230
石家庄: 0311-6668 6220
其他地区: 400-633-6606

6201	EasyGuard C18 保护柱套装	10 × 4.0mm 1/pk 2个柱芯+1个柱套
82006	极性改性反相高效液相色谱柱 Spursil C18	250 × 4.6 mm, 5 μm
6220	EasyGuard 保护柱卡套	1/pk
6803	Spursil C18保护柱芯	10 × 4.0 mm, 5 μm 2/pkg
标准品		
12-SP-DC09Z	偶氮染料释放的24种芳香胺混标 (依据GB/T 17592-2011方法定制) 现货	1 mL 100μg/mL 溶于乙腈
46631	萘-d8[1146-65-2](内标)	100mg
12-N-10653-5G	2,4,5-三氯苯胺[636-30-6](内标)	5g
46630	蒎-d10[1719-06-8](内标)	100mg
46295	甲醛[50-00-0]	100mg (in water)
12-N-10805-100MG	4-氨基联苯[92-67-1]	100mg
12-N-11158-250MG	联苯胺[92-87-5]	250mg
12-MET-11426A-1G	4-氯邻甲苯胺[95-69-2]	1g
12-N-11119-100MG	2-萘胺[91-59-8]	100mg
12-N-12671-1G	邻氨基偶氮甲苯[97-56-3]	1g
12-N-10898-1G	5-硝基-邻甲苯胺[99-55-8]	1g
12-N-10820-1G	对氯苯胺[106-47-8]	1g
12-N-10832-100MG	2,4-二氨基苯甲醚[615-05-4]	100mg
12-N-10884-2G	4,4'-二氨基二苯甲烷[101-77-9]	2g
12-N-10777-100MG	3,3'-二氯联苯胺[91-94-1]	100mg
12-N-10779-1G	3,3'-二甲氧基联苯胺[119-90-4]	1g
12-N-12694-1G	3,3'-二甲基联苯胺[119-93-7]	1g
12-N-10763-100MG	3,3'-二甲基-4,4'-二胺基二苯甲烷 [838-88-0]	100mg
12-N-10389-1G	2-甲氧基-5-甲基苯胺[120-71-8]	1g
12-N-10883-100MG	4,4'-亚甲基-二-(2-氯苯胺) [101-14-4]	100mg
12-N-10869-500MG	4,4'-二氨基二苯醚[101-80-4]	500mg
12-N-10870-500MG	4,4'-二氨基二苯硫醚[139-65-1]	500mg

订购电话：
北京：400-608-7719
沈阳：024-2294 3513
成都：028-8661 2625
济南：0531-67609520

上海：021-6126 3966
天津：400-633-6606
南京：025-8347 9007
郑州：0371-6367 2790

广州：020-8559 3520
青岛：0532-8372 5230
石家庄：0311-6668 6220
其他地区：400-633-6606

12-N-12697-5G	邻甲苯胺[95-53-4]	5g
12-N-10534-3G	2, 4-二氨基甲苯[95-80-7]	3g
12-N-10541-100MG	2, 4, 5-三甲基苯胺[137-17-7]	100mg
12-N-12674-2G	邻氨基苯甲醚[90-04-0]	2g
12-N-12789-2G	4-氨基偶氮苯[60-09-3]	2g
12-N-10637-1G	2, 4-二甲基苯胺[95-68-1]	1g
12-N-10694-5G	2, 6-二甲基苯胺[87-62-7]	5g
HPLC 溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50102	甲醇 HPLC级	4L
50101	乙腈 HPLC级	4L
50104	乙酸乙酯 HPLC级	4L
50123	叔丁基甲醚 HPLC级	4L
50132	乙酸 HPLC级	50 mL
50133	磷酸 HPLC级	50 mL
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色 (现货)	50 孔
5323	样品瓶 (棕色/螺纹)	2mL, 100/pk
5325	样品瓶盖/含垫 (已经组装)	100/pk
H87900	GC 进样针	5 μ L
H80465	HPLC 进样针	25 μ L

订购电话：
北京：400-608-7719
沈阳：024-2294 3513
成都：028-8661 2625
济南：0531-67609520

上海：021-6126 3966
天津：400-633-6606
南京：025-8347 9007
郑州：0371-6367 2790

广州：020-8559 3520
青岛：0532-8372 5230
石家庄：0311-6668 6220
其他地区：400-633-6606