

中华人民共和国国家标准

GB/T 43832—2024

纺织品 苯胺的测定

Textiles—Determination of aniline

2024-03-15 发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本文件起草单位：福建省纤维检验中心、安徽优定服装科技有限公司、厦门市华喜针纺有限公司、浙江荣大时尚科技有限公司、绍兴海成化工有限公司、浙江守谷科技发展有限公司、中纺标检验认证股份有限公司、广东新虎威实业投资有限公司。

本文件主要起草人：朱峰、林金美、吕静、潘行星、沈建亮、林宁婷、孟晓东、严雅群、田树松、梁嘉俊、张桃勇。

纺织品 苯胺的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了纺织品中游离苯胺(方法 A),以及苯胺总量(方法 B)的测定方法。
本文件适用于各类纺织产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义



下列术语和定义适用于本文件。

3.1

游离苯胺 free aniline
以化学残留物形式存在的苯胺。

3.2

可分解苯胺 cleavable aniline
经还原裂解后产生的苯胺。

3.3

苯胺总量 total aniline
可分解苯胺和游离苯胺的总和。

4 原理

试样经二氯甲烷超声萃取游离苯胺(方法 A),或经连二亚硫酸钠还原分解后用液-液萃取分离方法提取出苯胺总量(方法 B),用气相色谱-质谱仪(GC-MS)或高效液相色谱仪-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)测定,用气相色谱-质谱内标法或高效液相色谱外标法定量。

5 试剂

除非另有规定,所用试剂均为分析纯或以上级别。

- 5.1 水:GB/T 6682 中三级水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级水。
- 5.2 二氯甲烷。

5.3 叔丁基甲醚。

5.4 乙腈,色谱纯。

5.5 氯化钠。

5.6 苯胺标准物质/标准样品: CAS 号 62-53-3(纯度不小于 99%)。

5.7 萘- d_8 标准物质/标准样品: CAS 号 1146-65-2(纯度不小于 99%)。

5.8 苯胺标准储备溶液: 质量浓度不小于 200 mg/L, 准确称取苯胺标准物质(5.6), 使用 GC-MS 测定时用二氯甲烷(5.2)或叔丁基甲醚(5.3)配制, 使用 HPLC-DAD 测定时用乙腈(5.4)配制。

注: 此溶液在 0℃~4℃冰箱中避光保存, 有效期为 2 个月。

5.9 萘- d_8 内标储备溶液: 质量浓度不小于 200 mg/L, 准确称取萘- d_8 标准物质(5.7), 用二氯甲烷(5.2)或叔丁基甲醚(5.3)配制。

注: 此溶液在(-18±2)℃冰箱中避光保存, 有效期为 6 个月。

5.10 标准工作溶液: 苯胺质量浓度 0.5 mg/L~20 mg/L, 准确移取适量的苯胺标准储备溶液(5.8)。使用 GC-MS 测定时, 加入适量的萘- d_8 内标储备溶液(5.9), 使萘- d_8 质量浓度为 2 mg/L, 用二氯甲烷(5.2)或叔丁基甲醚(5.3)稀释配制。使用 HPLC-DAD 测定时, 用乙腈(5.4)稀释配制。

注: 此溶液在 0℃~4℃冰箱中避光保存, 有效期为 15 d。

5.11 萘- d_8 二氯甲烷内标工作溶液: 质量浓度 2 mg/L, 准确移取适量的萘- d_8 内标储备溶液(5.9), 用二氯甲烷(5.2)配制。

注: 此溶液在 0℃~4℃冰箱中避光保存, 有效期为 15 d。

5.12 萘- d_8 叔丁基甲醚内标工作溶液: 质量浓度 2 mg/L, 准确移取适量的萘- d_8 内标储备溶液(5.9), 用叔丁基甲醚(5.3)配制。

注: 此溶液在 0℃~4℃冰箱中避光保存, 有效期为 15 d。

5.13 氢氧化钠溶液: 20 g/L, 用水溶解。

5.14 连二亚硫酸钠溶液: 200 mg/mL, 用水溶解, 现配现用。

6 仪器设备

6.1 气相色谱-质谱仪(GC-MS): 配有电子轰击电离源(EI)。

6.2 高效液相色谱仪(HPLC): 配有二极管阵列检测器(DAD)。

6.3 分析天平: 分度值分别为 0.01 g 和 0.1 mg。

6.4 移液器: 容量分别为 0.2 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL。



6.5 玻璃反应容器: 由耐热玻璃制成, 容量分别约为 30 mL、60 mL, 具密封塞。在超声波萃取过程中, 反应容器应密封以防止二氯甲烷的蒸发, 并至少能抵抗 0.2 MPa 压力。

6.6 超声波发生器: 工作频率为(40±5)kHz, 能控制温度(60±2)℃。当测试结果一致时, 可使用其他频率的超声波发生器。

6.7 恒温水浴加热器: 能控制温度(40±2)℃。

6.8 机械振荡器: 水平往复振荡, 振荡频率(150±5)次/min。

6.9 一次性注射器: 约 1 mL。

6.10 有机相针式过滤头: 孔径 0.45 μm。

7 试验步骤

7.1 试样制备

选取 5 g~10 g 有代表性的试样, 剪成约 5 mm×5 mm 的碎片, 对于纱线等样品, 剪成长度约

5 mm,混匀。用分析天平(6.3)称取 1.0 g 试样(精确至 0.01 g),置于玻璃反应容器(6.5)中。

7.2 提取

7.2.1 游离苯胺(方法 A)

在可密封的玻璃反应容器(6.5)中准确加入 10.0 mL 萃取溶剂,用于 GC-MS 分析时萃取溶剂为蔡-d₈二氯甲烷内标工作溶液(5.11),用于 HPLC-DAD 分析时萃取液为二氯甲烷(5.2)。将反应容器密闭,用力振摇,使所有试样浸于液体中。将反应容器置于超声波发生器(6.6)中,在(60±2)℃下超声(40±5)min。冷却至室温,用一次性注射器(6.9)取上层清液,经有机相针式过滤头(6.10)过滤,使用 GC-MS(6.1)分析;或取 1 mL 滤液,将溶剂置换为乙腈后,使用 HPLC-DAD(6.2)分析。

注:如果 10 mL 萃取溶剂不能完全浸没试样,增加萃取溶剂量至 20 mL。

7.2.2 苯胺总量(方法 B)

在可密封的玻璃反应容器(6.5)中加入 9.0 mL 氢氧化钠溶液(5.13),将反应容器密闭,用力振摇,使所有试样浸于液体中。打开瓶盖,再加入 1.0 mL 连二亚硫酸钠溶液(5.14),将反应容器密闭,用力振摇,使溶液充分混匀。置于(40±2)℃恒温水浴加热器(6.7)中保持(30±1)min。取出后 2 min 内冷却至室温。

向反应容器中加入 2 g 氯化钠(5.5),再加入 10.0 mL 萃取溶剂,用于 GC-MS 分析时萃取溶剂为蔡-d₈叔丁基甲醚内标工作溶液(5.12),用于 HPLC-DAD 分析时萃取液为叔丁基甲醚(5.3)。将反应容器密闭,用力振摇混匀。置于机械振荡器(6.8)中振摇(20±1)min。静置,待两相分层后,用一次性注射器(6.9)取上层清液,经有机相针式过滤头(6.10)过滤,使用 GC-MS(6.1)分析,或取 1 mL 滤液,将溶剂置换为乙腈后,使用 HPLC-DAD(6.2)分析。

经分散染料染色的纤维样品也可先经抽提后再按方法 B 进行提取分析,抽提步骤见附录 A。

7.3 GC-MS 分析方法

7.3.1 GC-MS 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此无法给出色谱分析的普遍参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,附录 B 给出了 GC-MS 分析条件示例。

7.3.2 定性和定量分析

在相同试验条件下,分别取试样溶液(7.2.1 或 7.2.2)和标准工作溶液(5.10)等体积参插进样测定,按 7.3.1 条件测试分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液中目标物的保留时间和特征离子的相对丰度进行定性分析。样品中目标物的保留时间与标准工作溶液中目标物的保留时间的偏差在±0.5%范围内。苯胺的特征离子质荷比(m/z)为:93(定量离子),66,65,92。样品中目标物特征离子的相对丰度与标准工作溶液中目标物的相对丰度相一致,相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围,则可判断样品中存在相应的被测物。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
最大允许偏差/%	±10	±15	±20	±50

选取至少 5 个不同质量浓度的标准工作溶液(5.10)进行测定,以目标物峰面积与内标峰面积比值

对目标物质量浓度绘制标准曲线。样品溶液中苯胺的响应值应在仪器的线性范围内,如有必要,应进行稀释。

7.4 HPLC-DAD 分析方法

7.4.1 HPLC-DAD 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此无法给出色谱分析的普遍参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,附录 C 给出了 HPLC-DAD 分析条件示例。

7.4.2 定性和定量分析

在相同试验条件下,分别取试样溶液(7.2.1 或 7.2.2)和标准工作溶液(5.10)等体积参插进样测定,按 7.4.1 条件测试分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液中目标物在规定的检测波长下色谱峰的保留时间以及紫外光谱进行定性分析。样品中目标物的保留时间与标准工作溶液中目标物的保留时间的偏差在±0.5%范围内。

选取至少 5 个不同质量浓度的标准工作溶液(5.10)进行测定,以目标物峰面积对目标物质量浓度绘制标准曲线。样品溶液中苯胺的响应值应在仪器的线性范围内,如有必要,可进行稀释。

8 结果计算和表示

按照公式(1)计算苯胺的含量。计算结果保留至个位数。

$$X = \frac{\rho \times V \times f}{m}$$
.....(1)

式中:

- X —— 试样中苯胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ —— 从标准工作曲线得到的样液中苯胺的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 样液最终的定容体积,单位为毫升(mL);
- f —— 稀释因子;
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

9 定量限和精密度

9.1 定量限

本方法的定量限为 5 mg/kg。

9.2 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测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%。

10 试验报告

试验报告至少应给出下述内容:

- a) 本文件的编号;

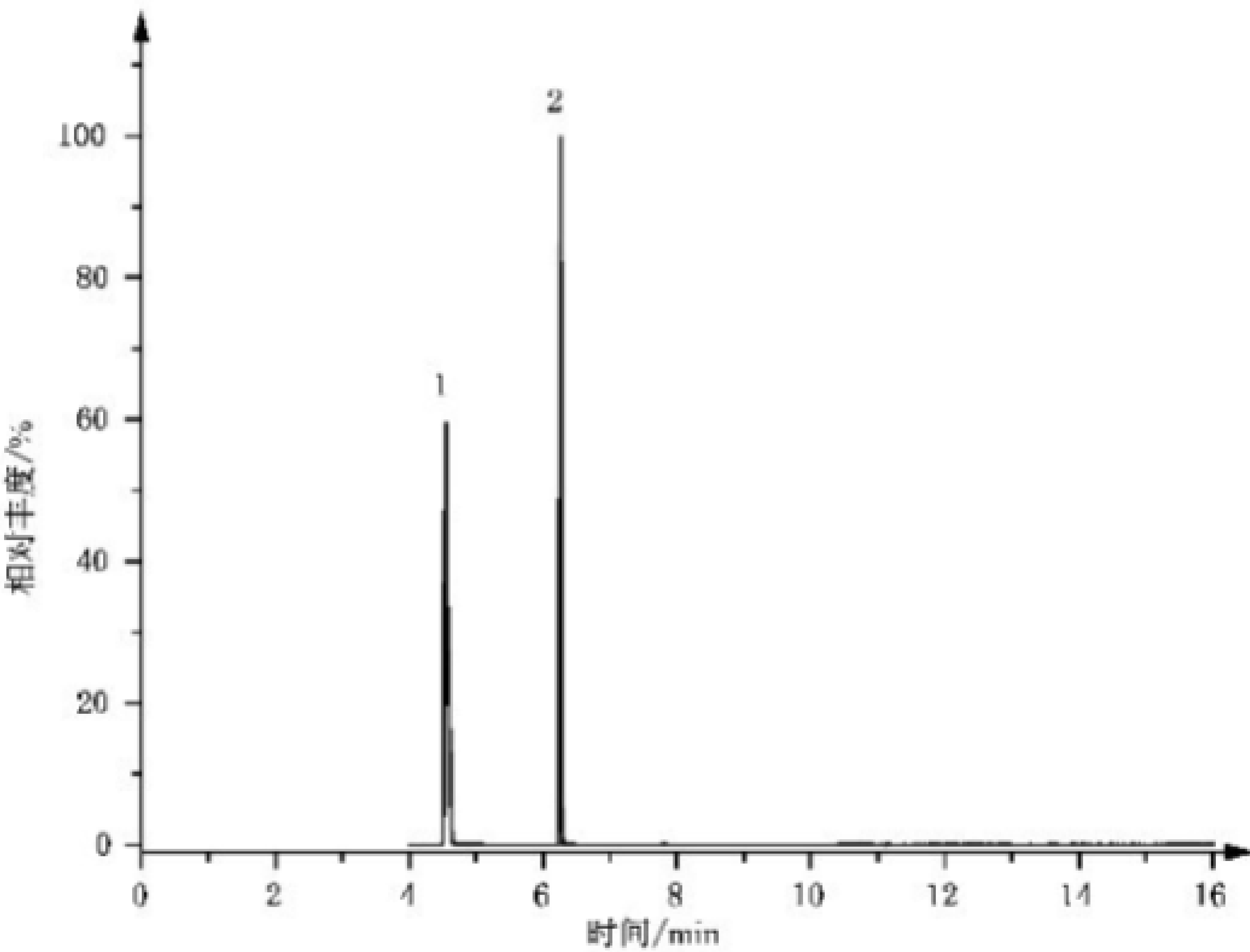
- b) 样品的来源及描述；
- c) 试验日期；
- d) 采用的方法[游离苯胺(方法 A)、苯胺总量(方法 B)],若前处理选用附录 A(抽提法)方法,需注明；
- e) 试验结果；
- f) 任何偏离本文件的细节。



附录 B
(资料性)
GC-MS 分析条件示例

由于不同的实验室采用的仪器不同,因此不可能给出色谱分析的通用参数。以下参数已经得到验证。在下述测定工作条件下,苯胺标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图见图 B.1:

- a) 色谱柱: TG-5MS, 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm;
- b) 柱温: 50 °C 保持 0.5 min, 以 20 °C/min 的速率升温至 260 °C, 260 °C 保持 5 min;
- c) 进样口温度: 250 °C;
- d) 质谱接口温度: 280 °C;
- e) 离子源温度: 280 °C;
- f) 电离方式: EI;
- g) 电离能量: 70 eV;
- h) 检测方式: 选择离子监测 (SIM) 模式, 定量监测离子质荷比 (m/z) 为: 苯胺 93, 萘- d_8 内标 136;
- i) 溶剂延迟: 4 min;
- j) 载气: 氦气 (纯度 ≥ 99.999%), 1.0 mL/min;
- k) 进样方式: 不分流进样;
- l) 进样量: 1 μL。



标引序号说明:
1——苯胺;
2——萘- d_8 。

图 B.1 苯胺标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图 (5 mg/L)

参 考 文 献

[1] GB/T 17592 纺织品 禁用偶氮染料的测定
[2] GB/T 23344 纺织品 4-氨基偶氮苯的测定
