

中华人民共和国国家标准

GB/T 24101—2009

染料产品中 4-氨基偶氮苯的限量及测定

Limit and determination of 4-aminoazobenzene in dye products

2009-06-02 发布 2010-02-01 实施

前 言

- 本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。
- 本标准由中国石油和化学工业协会提出。
- 本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。
- 本标准起草单位:沈阳化工研究院、安徽省凤阳染料化工有限公司、国家染料质量监督检验中心。
- 本标准主要起草人:季浩、李志华、姬兰琴。

染料产品中 4-氨基偶氮苯的限量及测定

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

本标准规定了染料产品中 4-氨基偶氮苯的测定方法及染料产品中 4-氨基偶氮苯的限量要求。

本标准适用于采用气相色谱-质谱法(GC-MS)对商品染料、染料制品、染料中间体和纺织印染助剂中 4-氨基偶氮苯的测定及限量。

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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

染料等产品中 4-氨基偶氮苯的含量应≤150 mg/kg,其中染料制品中的液状染料、涂料色浆等的 4-氨基偶氮苯的限量应按其固含量进行折算。

4 原理

染料样品在弱碱性介质中用连二亚硫酸钠还原裂解,通过控制裂解温度与裂解时间使 4-氨基偶氮苯的偶氮键不断裂;裂解液用溶剂萃取溶液中的 4-氨基偶氮苯,浓缩后,用气相色谱-质谱联用仪进行检测,特征离子外标法定量。

5 测定方法

5.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

5.2 试剂和溶液

- a) 氯化钠;
- b) 丙酮;
- c) 连二亚硫酸钠(保险粉);
- d) 无水亚硫酸钠;
- e) 无水硫酸钠;
- f) 无水乙醚:使用时必须净化,取 500 mL 乙醚,加入 100 mL 硫酸亚铁溶液(50 g/L 水溶液)振摇,弃去水层,于全玻璃装置中重蒸馏,收集 33.5 $\mathbb{C} \sim 34.5 \mathbb{C}$ 馏分;
- g) 乙酸乙酯;