

A Qualitative Screening Method for Quick Detection of Banned Azo Dyes in Textiles

Fanfan Pan

Sinochem Plastics Co., LTD., Tianjin
Email: 14793939@qq.com

Received: May 7th, 2018; accepted: Jun. 3rd, 2018; published: Jun. 13th, 2018

Abstract

Aiming at the banned azo dyes testing demand encountered in the trade oriented enterprises, a rapid screening method for 24 kinds of carcinogenic aromatic amines was developed to test textiles dyeing by six kinds of dyestuffs: Direct Dyes, Acid Dyes, Reactive Dyes, Indigo, Vat Dyes and Sulphur Dyes. The textile fabric is pure cotton and nylon. This method could largely reduce the dependence on large-scale chromatographs, with the advantages of short time, less consumption of cloth and dyeing machines and other chemical reagents, low cost, and greatly improved detection efficiency.

Keywords

Banned Azo Dyes, Aromatic Amines, Textiles

纺织品面料禁用偶氮染料的一种快速定性测试方法

潘凡凡

中化塑料有限公司, 天津
Email: 14793939@qq.com

收稿日期: 2018年5月7日; 录用日期: 2018年6月3日; 发布日期: 2018年6月13日

摘要

针对进出口贸易类企业在多厂家、多品种检测中遇到的需要快速鉴定纺织品面料中是否含有禁用偶氮染料的问题, 开发了一种定性筛选纺织面料的测试方法, 并对直接、酸性、活性、靛蓝、硫化、还原6类染料染色后的纺织面料进行禁用偶氮染料的24种芳香胺检测, 纺织面料为纯棉和尼龙材质。此方法大大

减少了对色谱仪器的依赖, 所用试剂少, 检测时间短, 检测效率高, 检测成本低。

关键词

禁用偶氮染料, 芳香胺, 纺织品

Copyright © 2018 by author and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

常规染料根据应用不同可分为直接染料、酸性染料、分散染料、活性染料、阳离子染料等, 根据结构不同可分为偶氮染料、硝基染料、蒽醌染料等。分子结构中凡是含有偶氮基的染料统称为偶氮染料, 包括红、橙、黄、兰、紫、黑等, 色谱范围广、色种齐全、色光良好、并有一定的牢度, 因此广泛应用于各类纤维和皮革制品的染色及印花。德国政府于 1994 年颁布的日用法令规定, 凡输德皮革、纺织品必须进行禁用偶氮染料检测(简称 AZO 检测), 主要是因为禁用偶氮染料染色的服装与人体皮肤长期接触后, 会与代谢过程中释放的成分混合并产生还原反应形成致癌的芳香胺化合物, 这种化合物会被人体吸收, 经过一系列活化作用, 使人体细胞的 DNA 发生结构与功能的变化, 成为人体病变的诱因。因此世界各国和权威组织都相继积极研究这些物质的检测方法和标准[1]-[9], 禁用偶氮染料检测已经成为国内外生态纺织品常规检测项目之一。

本实验顺应纺织品染料的绿色化要求, 采用了一种快速定性筛选禁用偶氮染料的方法, 广泛应用于各种染料上染的纺织面料测试, 方法简单快速, 成本低廉, 应用领域广泛, 证明了此方法的普适性。

2. 实验部分

禁用偶氮染料的检测原理, 是把纺织面料的禁用偶氮萃取下来, 进行还原分解, 再用叔丁基甲醚萃取还原得到的芳香胺, 用纺织品禁用偶氮染料快速试剂进行显色反应得到阳性或者阴性的测试结果, 阴性结果即为不含禁用偶氮染料, 然后再将阳性结果进行进一步的检测。

2.1. 主要仪器和试剂

BWS-20 恒温水槽(上海一恒科技有限公司)

100 ml 玻璃样品瓶(天津市天玻玻璃仪器有限公司)

60 ml 梨形分液漏斗(天津市天玻玻璃仪器有限公司)

0.06 mol/L 柠檬酸盐缓冲溶液(pH = 6.0, 配制方法为用蒸馏水溶解 1.253 g 柠檬酸以及 0.632 g 氢氧化钠后定容于 100 ml 的容量瓶中)

5 g/L 的连二亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 又叫保险粉, 天津市化学试剂供销公司)

甲基叔丁基醚(分析纯, 天津市化学试剂供销公司)

纺织品禁用偶氮染料快速检测试剂盒(青岛艾博尔商贸有限公司)

蒸馏水或者实验用三级水

2.2. 实验方法

1) 样品前处理称取 1.0 g 剪碎的纺织面料样品于 100 ml 锥形玻璃反应瓶中, 加入 16 ml 柠檬酸盐缓

冲溶液和 3.0 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 溶液, 将反应瓶密闭, 用力振摇, 使得所有试样浸入液体中, 置于 $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ 水浴中保温 30 min, 取出于 2 min 内冷却到室温。

2) 萃取与脱色将 10 ml 甲基叔丁基醚加入上述锥形玻璃反应瓶中, 用力振摇, 静置分层, 转移至 60 ml 梨形分液漏斗后进行萃取, 取上层萃取液于 20 ml 玻璃杯中。

3) 显色将上述萃取液滴 1~2 滴至滤纸上, 同时迅速滴 1~2 滴纺织染料禁用偶氮染料快速检测试剂, 观察滤纸上是否有明显颜色反应。

4) 筛选判定如果没有明显颜色变化, 结论即为阴性, 表明样品中不含禁用偶氮染料, 可直接判定样品合格。如果滤纸呈现明显的颜色变化, 结论即为阳性, 说明样品中可能含有禁用偶氮染料, 但是含量是否超过法规规定值, 则需要利用色谱仪器进行准确的定性和定量检测, 如果检测结果是检测到, 说明是假阳性结论, 产品也是合格的。如果检测结论是 24 种禁用偶氮含量超过了法规规定值, 则产品不合格。

3. 结果与讨论

3.1. 纺织面料的 24 种芳香胺检测

3.1.1. 纺织面料显色检测

集中对实验室随机选取的 36 个纺织面料样品(包括直接染料染色的纺织物棉布 7 种, 酸性染料纺织布料尼龙 11 种, 活性染料纺织物棉布 7 种, 硫化染料纺织物棉布 2 种, 靛蓝染料纺织物棉布 1 种, 还原染料纺织物棉布 8 种)进行检测, 显色反应后结论为阴性的 27 种, 直接通过率 75%, 检测结果为阳性的 9 种, 比率为 25%。

3.1.2. 阴性结论纺织面料送检验证

随机抽选了 15 种检测结论为阴性的纺织面料送检至天祥(天津)质量技术服务有限公司, 随后进行了 REACH Official Method 禁用偶氮染料检测。结果如表 1 所示, 从而证明纺织面料中并没有 24 种禁用偶氮染料。

Table 1. The inspection results of azo dyes for textiles

表 1. 阴性结论的纺织面料送检禁用偶氮染料检测结果

序号	送检布料	染色品种	仪器方法	本文显色结论	本文判定结果	检测结论一致性	备注
1	棉	还原染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
2	棉	还原染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
3	棉	还原染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
4	棉	直接染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
5	棉	直接染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
6	棉	直接染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
7	尼龙	酸性染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
8	尼龙	酸性染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
9	尼龙	酸性染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
10	棉	活性染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
11	棉	活性染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
12	棉	活性染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
13	棉	硫化染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
14	棉	硫化染料	Not detected	不显色	阴性	一致	
15	棉	靛蓝	Not detected	不显色	阴性	一致	

Table 2. The inspection results of azo dyes for textile fabrics
表 2. 阳性结论的纺织面料送检禁用偶氮染料检测结果

序号	送检布料	染色品种	仪器方法	本文显色结论	本文判定结果	检测结论一致性	备注
1	棉	直接染料	Not detected	显黄色	阳性	不一致	
2	棉	直接染料	Not detected	显黄色	阳性	不一致	
3	棉	直接染料	Not detected	显黄色	阳性	不一致	
4	棉	直接染料	Not detected	显黄色	阳性	不一致	
5	尼龙	酸性染料	Not detected	显红色	阳性	不一致	
6	尼龙	酸性染料	Not detected	显红色	阳性	不一致	
7	尼龙	酸性染料	Not detected	橙红色	阳性	不一致	
8	尼龙	酸性染料	Not detected	显黄色	阳性	不一致	
9	棉	活性染料	Not detected	显黄色	阳性	不一致	

3.1.3. 阳性结论纺织面料送检验证

随后将检测结论为阳性的 9 种纺织面料送检至天祥(天津)质量技术服务有限公司进行 REACh Official method 禁用偶氮染料检测。结果如表 2 所示, 此 9 种纺织面料都是假阳性结论, 产品合格, 纺织面料中并没有 24 种禁用偶氮染料。

4. 结论

此文所用的显色测试后再进行色谱测试的快速筛选纺织品是否含有禁用偶氮染料的方法, 可以广泛应用于进出口贸易企业的各种纺织品面料的各类染料的快速检测中, 对直接染料、活性染料、硫化染料、酸性染料、还原染料、靛蓝六种染料进行染色后的纺织面料皆适用, 纺织面料为纯棉和尼龙材质皆可。在结论为阴性的时候, 可以 100%判定纺织面料不含有禁用偶氮染料, 不依赖于任何色谱仪器, 仅凭肉眼观测即可, 检出限小于 15 mg/kg, 满足了当前法规的限量要求。当结论为阳性的时候, 结合使用色谱仪器分析的方法, 进一步鉴别纺织面料是否含有禁用偶氮染料, 结论为阳性时, 有可能是假阳性, 实际不含 24 种禁用芳香胺, 也有可能是真阳性, 含有禁用偶氮染料。从而实现了快速筛选的检测目标, 并且大大提高检测的效率。此方法在试剂、仪器、实验消耗时间方面, 与纯仪器方法相比, 两步前处理简单, 操作方便; 所需试剂为常规化学试剂, 试剂用量少, 分析速度快, 分析成本低。

参考文献

- [1] European Committee for Standardization (2012) EN14362-1:2012 Textiles Methods for Certain Aromatic Amines Derived from Azo Colorants Part 1: Detection of the Use of Certain Azo Colorants Accessible with and without Extracting the Fibres.
- [2] 胡小钟, 余建新, 倪澜荪, 钱浩明, 邵俊杰. 禁用偶氮染料检测中假阳性结果的鉴别方法[J]. 分析化学, 2000, 28(4): 411-416.
- [3] 杨继生, 徐逸云, 蒋华. 对纺织品禁用偶氮染料检测方法的探讨[J]. 印染, 2005, 31(6): 37-39.
- [4] 康宁. 禁用偶氮染料检测中的若干问题[J]. 中国纤检, 2005(8): 24-25.
- [5] 姜逊, 张玉莲, 汪福坤. 禁用偶氮染料检测现状与发展建议[J]. 上海纺织科技, 2008, 36(1): 52-53.
- [6] GB/T17592-2011 纺织品禁用偶氮染料的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.
- [7] 崔庆华, 赵桂安, 王学利. 禁用偶氮染料及其检测标准[J]. 中国纤检, 2011(12): 42-45.
- [8] 孙占怀. 谈禁用偶氮染料[J]. 化学教育, 2005, 26(6): 1-2.
- [9] 海勇, 田树盛. 致癌芳香胺的检测[J]. 印染助剂, 2005, 22(9): 45-48.

知网检索的两种方式：

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择：[ISSN]，输入期刊 ISSN：2330-5231，即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入，输入文章标题，即可查询

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：jocr@hanspub.org