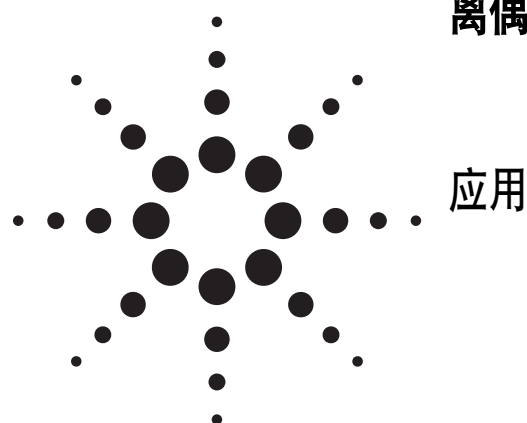


利用 Agilent 1290 UHPLC 液相色谱系统快速分离偶氮染料



作者

章晴,
米健秋,
安捷伦科技(中国)有限公司 COE 实验室

摘要

偶氮染料被广泛的用于纺织工业中的印染着色工艺中。然而,在特定条件下,偶氮染料很容易分解出对人体有害的芳香胺类。这些芳香胺能够引起人体的 DNA 发生变化甚至引发癌症。在 1994 年,德国就开始禁止在日化产品中使用某些偶氮染料。在 2002 年 9 月,欧盟 (EU) 建立了关于偶氮染料检测与定量的法规,其中规定在纺织品中偶氮染料的最大允许含量为 30 ppm。

目前分析偶氮染料的方法有薄层色谱 (TLC), 气相色谱 (GC) 与高效液相色谱 (HPLC) 等。与传统液相色谱方法比较,采用亚二微米填料的超高效液相色谱技术 (UHPLC) 具有更快地分析速度,更好的分离度以及灵敏度,并能够节省大量的溶剂从而降低运行成本。在本文中,共 26 种偶氮染料在 10 分钟之内得到了分离(包括流动相梯度再平衡在内)。根据信噪比估算这些偶氮染料的最低检出限为 0.05 µg/mL 到 5 µg/mL。

仪器与条件

本文中所采用的为 Agilent 1290 UHPLC 液相色谱系统,带有 DAD 检测器。

仪器配置:

G4220A Infinity 二元泵

G4226A Infinity 自动进样器,带有 20 µL 定量环

G1316C Infinity 柱温箱,配备低扩散加热模块

G4212A Infinity DAD 二极管阵列检测器配备 1 µL/
10 mm Max-Light 流通池

UHPLC 色谱条件:

色谱柱: Zorbax Eclipse Plus-C18
2.1 x 100 mm, 1.8 µm,
RRHD

流动相: A=0.575g NH₄H₂PO₄ +
0.70g Na₂HPO₄ + 1000 mL
H₂O + 100 mL 甲醇,
pH 调整到 6.9,
B=甲醇

梯度表:

t(min)	0	3	4	5.8	6	7	8	8.5	8.6
B%	10	30	30	45	60	65	100	100	10



Agilent Technologies

停止时间: 10 min
流量: 0.5 mL/min
柱温: 40°C
进样体积: 1 µL
检测波长: 240/280/305 nm
采样速率: >0.006 min (0.12 s response time) (40 Hz)

本文中所采用的样品为混合标准样品。

结果与讨论

本实验中 26 种偶氮染料在 10 分钟之内得到了分离（分离时间 8 分钟，流动相梯度再平衡 2 分钟），其中仅有 2 对难分离的色谱峰对在半峰高的位置得到了分离。Fig.1 是采用 12 µg/mL 混合标准样品得到的色谱图。与欧盟标准中所采用的 HPLC 方法相比较，分离时间从原先的 1 个多小时大幅缩短到 10 分钟，节约时间的同时也大量的节约了分离所需要的有机溶剂。此方法可以用于纺织品中的偶氮染料的快速筛查。

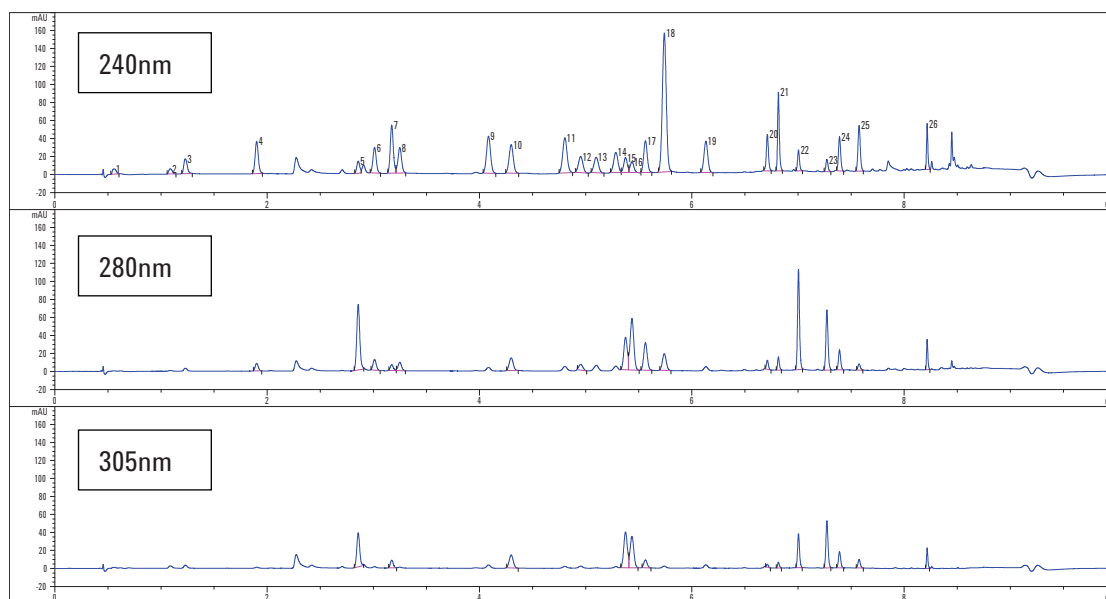


Fig.1 Agilent 1290 UHPLC 液相色谱系统分离26种偶氮染料的色谱图

Table 1 中列出了得到分离的 26 种偶氮染料的保留时间, 名称以及相对应的 CAS 号。根据信噪比估算了三个不同波长下的最低检出限为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 到 5 $\mu\text{g/mL}$ 。DAD 采集到的光谱的信息可以用来帮助定性。

参考文献

1. EN 14362-1 European Standard, Oct. 2003

Table 1

Peak number	Rt/min	Compound name	CAS number
1	0.565	1,4-苯二胺/对苯二胺	106-50-3
2	1.096	4-甲氧基-1,3-苯二胺/2,4-二氨基苯甲醚	615-05-4
3	1.238	2,4-二氨基甲苯/1-甲基-2,4-二氨基苯	95-80-7
4	1.907	苯胺	62-53-3
5	2.870	对二氨基联苯/联苯胺	92-87-5
6	3.022	2-甲氧基苯胺/邻氨基苯甲醚	90-04-0
7	3.179	对氨基二苯醚	101-80-4
8	3.259	邻甲苯胺/2-甲基苯胺	95-53-4
9	4.080	对氯苯胺/4-氯苯胺	106-47-8
10	4.289	2-氨基-4-硝基甲苯/2-甲基-5-硝基苯胺	99-55-8
11	4.806	4,4'-亚甲基二苯胺/双(4-氨基苯基)甲烷	101-77-9
12	4.965	2-甲氧基-5-甲基苯胺	120-71-8
13	5.111	2,6-二甲基苯胺	87-62-7
14	5.297	2,4-二甲基苯胺	95-68-1
15	5.387	3,3'-二甲氧基联苯胺	119-90-4
16	5.455	3,3'-二甲基联苯胺	119-93-7
17	5.543	4,4'-二氨基二苯硫醚	139-65-1
18	5.730	2-萘胺	91-59-8
19	6.124	4-氯-2-甲基苯胺	95-69-2
20	6.712	2,4,5-三甲基苯胺	137-17-7
21	6.812	3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯基甲烷	838-88-0
22	6.996	4-氨基联苯	92-67-1
23	7.265	3,3'-二氯联苯胺	91-94-1
24	7.379	4-氨基偶氮苯	60-09-3
25	7.567	4,4'-亚甲基双(2-氯苯胺)	101-14-4
26	8.208	邻氨基偶氮甲苯	97-56-3

本文仅限研究使用。不用作诊断。本资料中涉及的信息、说明和规格，如有变更，恕不另行通知。

安捷伦科技公司对本资料中出现的错误或有关装备、性能或使用本资料而带来的意外伤害或相关损失不承担责任。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2010
中国印制 2010 年 5 月 14 日
5990-6855CHCN

