

ICS 71. 100. 40  
G 70  
备案号: 60598—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5252—2017

---

### 纺织染整助剂 二氢化牛脂基二甲基氯化铵的测定

Textiles dyeing and finishing auxiliaries—  
Determination of dihardenedtallow dimethyl ammonium compounds

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、传化智联股份有限公司、福建省纤维检验局、江苏省检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人：朱峰、赵梅、丁友超、赵婷、周佳、侯建军、汤娟、曹锡忠、洪颖、路颖。





## 纺织染整助剂

### 二氢化牛脂基二甲基氯化铵的测定

警示——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

本标准规定了采用液相色谱-串联质谱仪（LC-MS/MS）测定纺织染整助剂中二氢化牛脂基二甲基氯化铵（DHTDMAC）残留量的方法。

注：DHTDMAC 通常由两个碳链长度为 10~20 的烷基二甲基氯化铵混合物组成。本标准中 DHTDMAC 的主要组分见附录 A 中表 A.1。

本标准适用于纺织染整助剂产品中二氢化牛脂基二甲基氯化铵的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

用酸化甲醇在超声波浴中提取试样中的二氢化牛脂基二甲基氯化铵，用液相色谱-串联质谱仪（LC-MS/MS）测定二氢化牛脂基二甲基氯化铵的主要组分，以外标法定量。

#### 4 试剂和材料

4.1 除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 甲酸。

4.4 二氢化牛脂基二甲基氯化铵：纯度 $\geq 99\%$ （质量分数）。

4.5 甲酸甲醇溶液，50 mL/L：取 25 mL 甲酸（4.3），溶于甲醇（4.2）中，定容至 500 mL。

4.6 二氢化牛脂基二甲基氯化铵标准储备溶液，500 mg/L：准确称取 0.050 g（精确至 0.000 1 g）DHTDMAC 标准品，用甲醇溶解，并定容至 100 mL。

注：标准储备溶液保存在 0℃~4℃ 的环境中，有效期为 6 个月。

4.7 标准工作溶液：准确吸取标准储备溶液（4.6），用甲酸甲醇溶液（4.5）逐级稀释得到不同浓度的标准工作溶液。

注：该溶液保存在 0℃~4℃ 的环境中，有效期为 1 个月。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱-串联四极杆质谱仪 (LC-MS/MS)：配有电喷雾离子化源 (ESI)。
- 5.2 分析天平：感量为 0.000 1 g。
- 5.3 超声波发生器：工作频率为 40 kHz。
- 5.4 提取器：管状，具密闭塞，约 50 mL，由硬质玻璃制成。
- 5.5 一次性注射器。
- 5.6 有机微孔滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ ，尼龙滤膜。

6 分析步骤

6.1 试样溶液制备

准确称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 样品，置于提取器 (5.4) 中，加入 10 mL 甲酸甲醇溶液 (4.5)，密闭。于超声波发生器 (5.3) 中提取 30 min $\pm$ 2 min 后，上清样液用 0.22  $\mu\text{m}$  尼龙过滤头 (5.6) 过滤至样品瓶中，以甲酸甲醇溶液 (4.5) 稀释 10 倍后，供 LC-MS/MS 分析用。

6.2 液相色谱-串联质谱分析

6.2.1 LC-MS/MS 分析条件

测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的：

- a) 色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18, 2.1 mm $\times$ 50 mm $\times$ 3.5  $\mu\text{m}$ ，或相当者；
- b) 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 流动相：流动相 A 为甲醇，流动相 B 为 0.1 % 甲酸溶液，梯度洗脱条件见表 1；
- d) 流速：0.25 mL/min；
- e) 进样量：5  $\mu\text{L}$ ；
- f) 离子源：电喷雾离子源 (ESI)；
- g) 扫描极性：采用正离子扫描；
- h) 扫描方式：多反应监测 (MRM)，监测离子对参见附录 A 中表 A.1。
- i) 雾化气、碰撞气：均为高纯氮气。

表 1 LC-MS/MS 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	85	15
2	90	10
3.5	100	0
6	100	0
7	85	15
10	85	15

## 6.2.2 定性定量分析

标准工作溶液（4.7）和试样溶液（6.1）在设定的分析条件下（6.2.1）等体积、穿插进样。通过选择二级质谱的特定离子对，比较试样溶液与标准工作溶液色谱峰的保留时间进行定性分析。在上述条件下，DHTDMAC 各组分化合物的色谱保留时间参见附录 A，多反应监测离子流色谱图参见附录 B。通过比较试样溶液与标准工作溶液在定量离子对通道下的色谱峰面积进行定量分析，以外标法定量。标准工作溶液和试样溶液中 DHTDMAC 各组分化合物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

## 6.3 空白试验

除不加入试样外，其他均按上述步骤进行。

## 7 结果计算和表示

### 7.1 结果计算

样品中二氢化牛脂基二甲基氯化铵含量以质量分数  $X$  计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按下列公式计算，结果应扣除相应的空白值：

$$c_{is} = \frac{A_{is} M_{is} c_s}{\sum (A_{is} M_{is})} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$X_i = \frac{A_i c_{is} V}{A_{is} m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$X = \sum X_i \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X_i$ ——试样中 DHTDMAC 组分  $i$  的含量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$A_i$ ——试样溶液中 DHTDMAC 组分  $i$  的峰面积；

$A_{is}$ ——标准工作溶液中 DHTDMAC 组分  $i$  的峰面积；

$c_{is}$ ——标准工作溶液中 DHTDMAC 组分  $i$  的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$ ——试样溶液最终定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

$M_{is}$ ——DHTDMAC 组分  $i$  的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；

$c_s$ ——标准工作溶液中 DHTDMAC 的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）。

### 7.2 结果表示

试验结果以 DHTDMAC 的浓度（mg/kg）表示，计算结果表示至个位数。低于测定低限（8.1）时，试验结果为“未检出”。

## 8 测定低限、回收率和精密度

### 8.1 测定低限

LC-MS/MS 对试样中 DHTDMAC 的测定低限为 10 mg/kg。

### 8.2 回收率

DHTDMAC 的回收率范围为 80 %～110 %。

### 8.3 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测试获得的两次独立测试结果的相对标准偏差不大于 10 %。以大于这两个测定值的算术平均值的 10 %的情况不超过 5 %为前提。

## 9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 样品的描述；
- b) 本标准的编号；
- c) 使用的分析仪器方法；
- d) 试验结果；
- e) 与本标准的差异；
- f) 试验日期。

## 附录 A

(资料性附录)

## DHTDMAC 的 LC-MS/MS 分析检测参数

表 A.1 DHTDMAC 组分化合物的检测参数

序号	化合物	化学式	保留时间/min	母离子 $m/z$	子离子 $m/z$	碎裂电压/V	碰撞电压/V
1	DHTDMAC C10;C18	$C_{30}H_{64}NCl$	2.498	438.6	298.1*	216	40
					185.9	216	40
2	DHTDMAC C12;C16	$C_{30}H_{54}NCl$	2.441	438.6	269.9*	216	40
					213.6	216	36
3	DHTDMAC C14;C14	$C_{30}H_{64}NCl$	2.426	438.6	241.9*	216	36
					56.8	216	44
4	DHTDMAC C12;C18	$C_{32}H_{68}NCl$	3.047	466.6	297.9*	216	44
					213.6	216	40
5	DHTDMAC C14;C16	$C_{32}H_{68}NCl$	3.020	466.6	269.9*	216	40
					241.8	216	44
6	DHTDMAC C15;C16	$C_{33}H_{70}NCl$	3.263	480.6	255.8*	232	44
					269.7	232	44
7	DHTDMAC C14;C17	$C_{33}H_{70}NCl$	3.262	480.6	241.8*	232	40
					283.8	232	36
8	DHTDMAC C16;C16	$C_{34}H_{72}NCl$	3.430	494.6	270.0*	256	44
					56.8	256	52
9	DHTDMAC C14;C18	$C_{34}H_{72}NCl$	3.435	494.6	241.9*	256	44
					297.9	256	44
10	DHTDMAC C15;C18	$C_{35}H_{74}NCl$	3.573	508.6	297.9*	248	44
					255.8	248	44
11	DHTDMAC C16;C17	$C_{35}H_{74}NCl$	3.570	508.6	269.9*	248	44
					283.9	248	44
12	DHTDMAC C16;C18	$C_{36}H_{76}NCl$	3.684	522.6	270.1*	248	44
					298.1	248	48
13	DHTDMAC C17;C18	$C_{37}H_{78}NCl$	3.797	536.6	283.9*	264	48
					297.9	264	48
14	DHTDMAC C18;C18	$C_{38}H_{80}NCl$	3.881	550.6	298.1*	264	48
					56.8	264	56
15	DHTDMAC C18;C19	$C_{39}H_{82}NCl$	3.976	564.6	297.8*	248	49
					311.6	248	49
16	DHTDMAC C18;C20	$C_{40}H_{84}NCl$	4.071	578.6	297.8*	240	53
					325.8	240	49

附录 B  
(资料性附录)

DHTDMAC 的 LC-MS/MS 多反应监测离子流色谱图

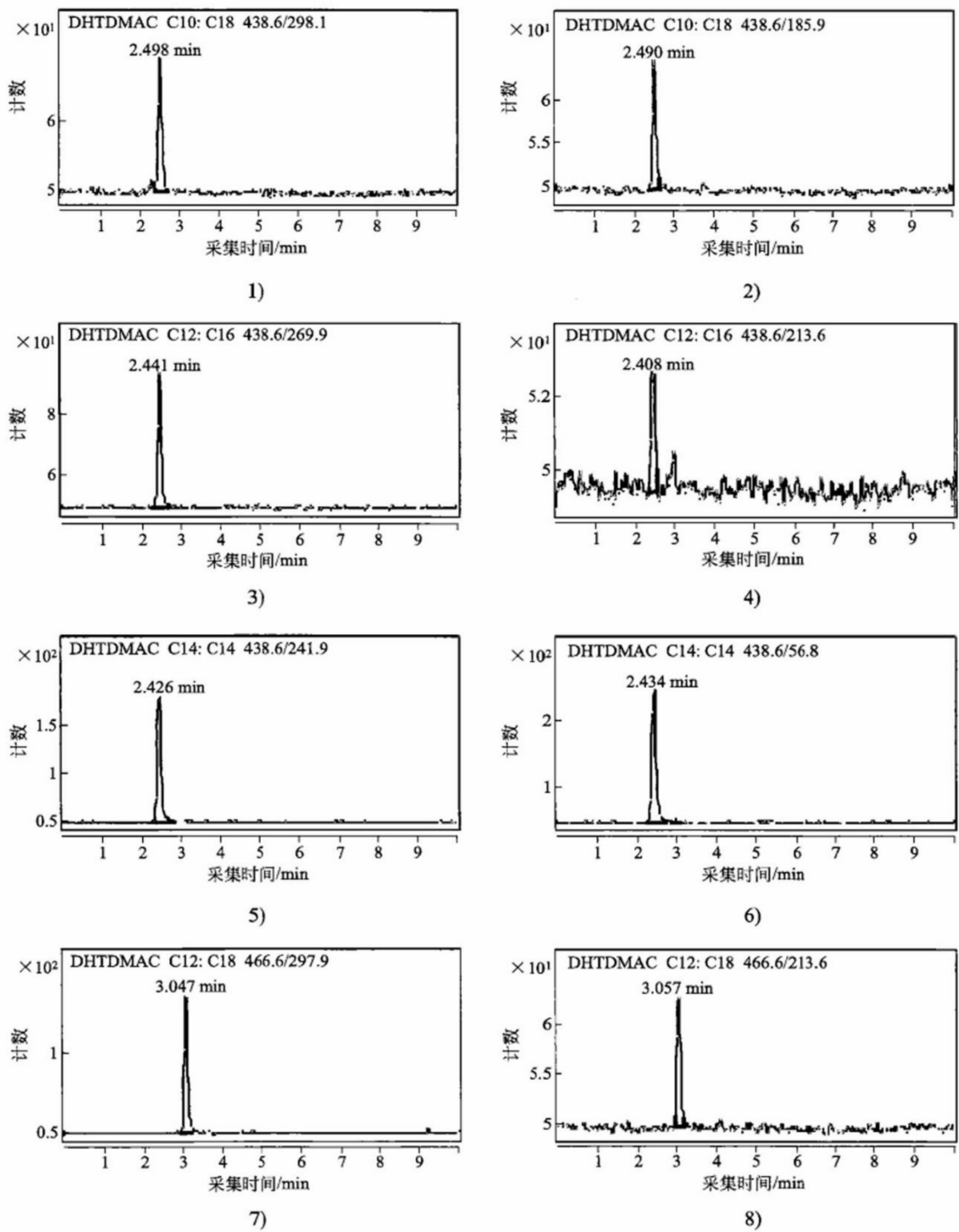
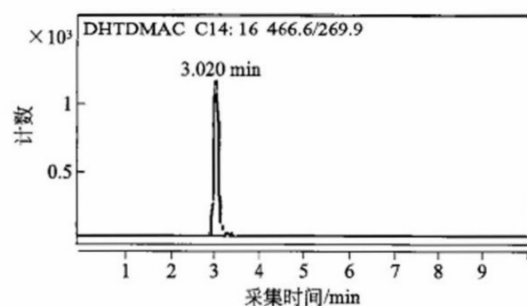
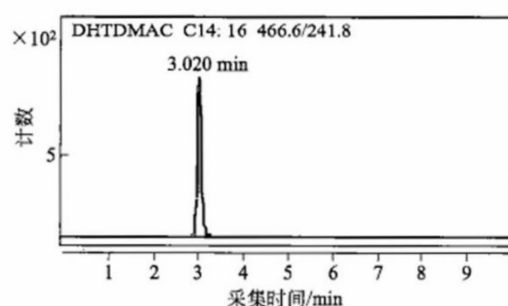


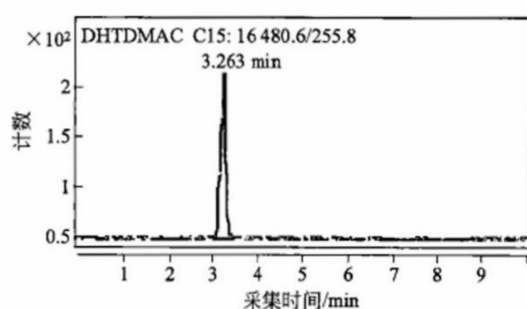
图 B.1 DHTDMAC 的 LC-MS/MS 多反应监测离子流色谱图



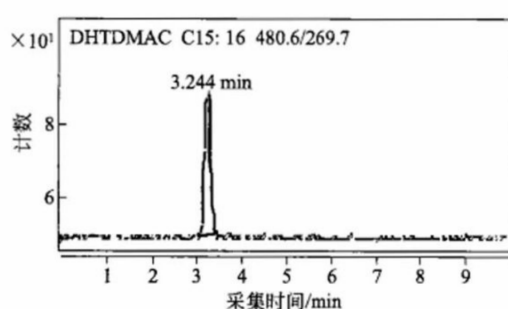
9)



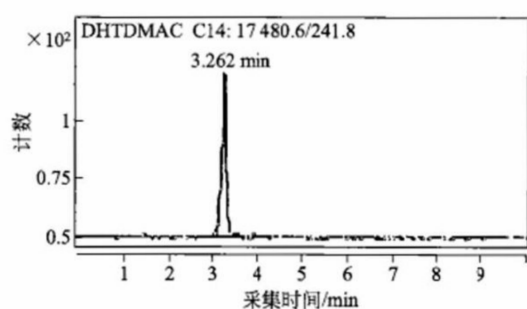
10)



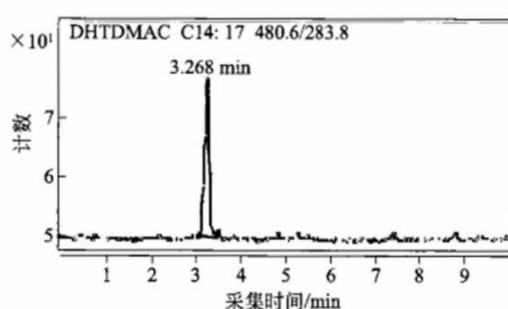
11)



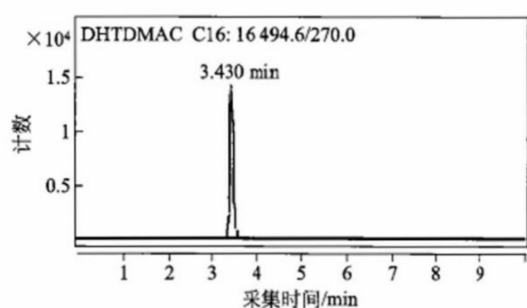
12)



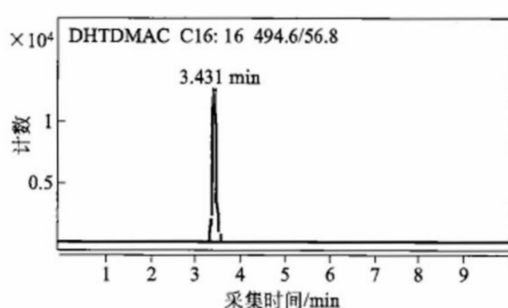
13)



14)



15)



16)

图 B.1 DHTDMAC 的 LC-MS/MS 多反应监测离子流色谱图 (续)

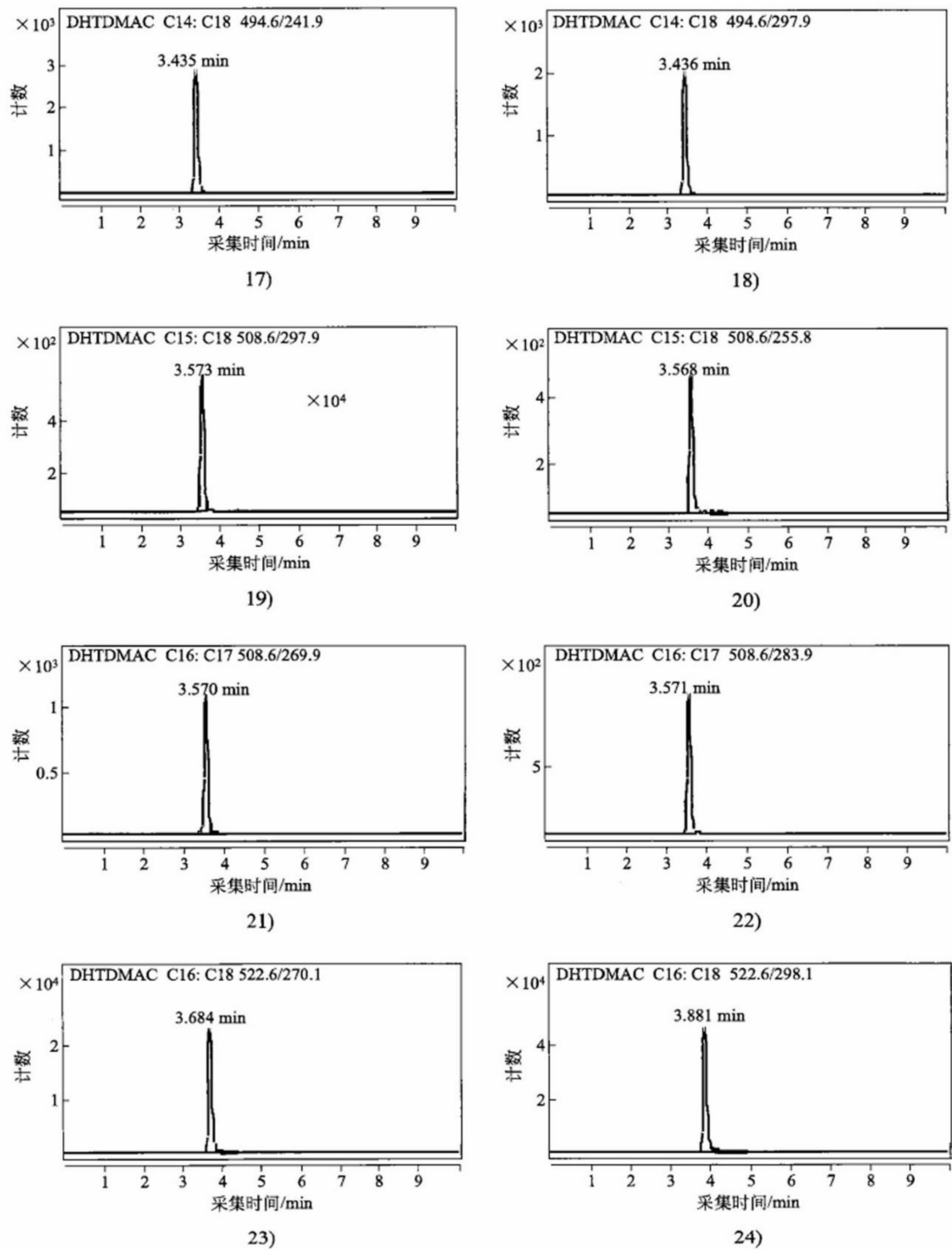


图 B.1 DHTDMAC 的 LC-MS/MS 多反应监测离子流色谱图 (续)



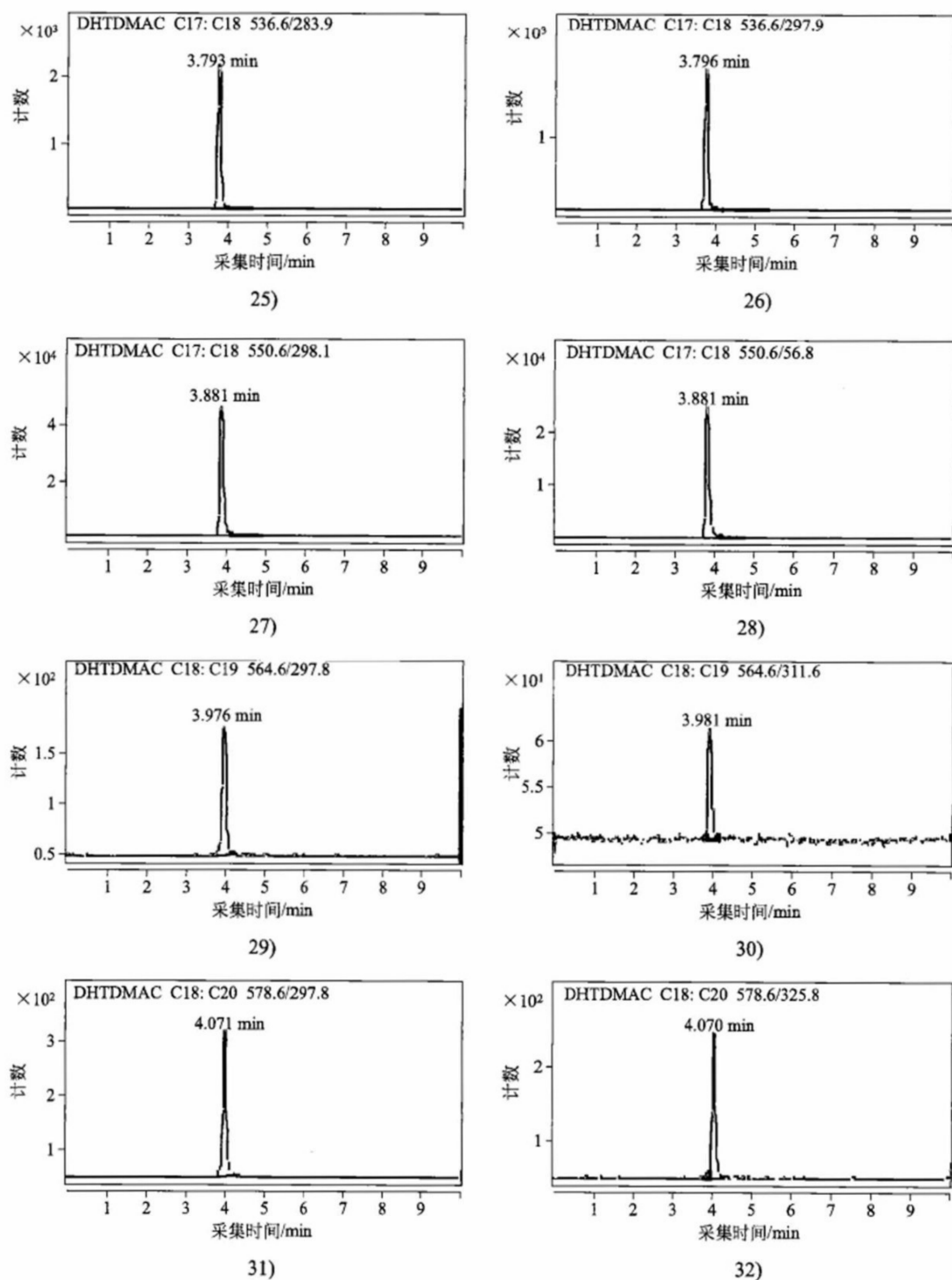


图 B.1 DHTDMAC 的 LC-MS/MS 多反应监测离子流色谱图 (续)





中华人民共和国

化工行业标准

纺织染整助剂

乙二胺四乙酸盐和二乙烯三胺五乙酸盐、  
氨氮、二氢化牛脂基二甲基氯化铵的测定  
(2017)

HG/T 5250~5252—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2½ 字数52.9千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2436

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：36.00元

版权所有 违者必究