

ICS 71. 100. 40
G 70
备案号: 65248—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5497—2018

纺织染整助剂产品中 苯并三唑类化合物的测定

Determination of benzotriazole compounds
in textile dyeing and finishing auxiliaries

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 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：福建省纤维检验局、传化智联股份有限公司、江苏出入境检验检疫局、深圳市计量质量检测研究院。

本标准主要起草人：朱峰、赵梅、丁友超、赵婷、薛建平、杨瑜榕、胡望霞。

纺织染整助剂产品中苯并三唑类化合物的测定

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

本标准规定了纺织染整助剂产品中苯并三唑类化合物（参见附录 A）的测定方法。
本标准适用于各类纺织染整助剂产品中苯并三唑类化合物的测定。

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（GB/T 6682—2008，mod ISO 3696:1987）

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

样品以甲醇为萃取溶剂，采用超声波提取纺织染整助剂产品中的苯并三唑类化合物，过滤后采用高效液相色谱-串联质谱法测定，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 甲酸铵：纯度 $\geq 99.0\%$ （质量分数）。

4.4 甲酸铵溶液：0.01 mol/L。

称取 0.64 g 甲酸铵（4.3），用水溶解并定容至 1 000 mL，摇匀。

注：建议甲酸铵溶液现配现用。

4.5 标准物质：纯度 $\geq 97.0\%$ ，参见附录 A。

4.6 标准储备溶液：200 mg/L。

准确称取标准物质（4.5），用甲醇（4.2）溶解、定容，分别配制成浓度为 200 mg/L 的标准储备溶液。

注：标准储备溶液在 0℃～4℃冰箱中避光保存，有效期为 6 个月。

4.7 混合标准工作溶液：根据需要配制，以甲醇（4.2）逐级稀释得到不同浓度的系列混合标准工作溶液。

注：混合标准工作溶液在 0℃～4℃冰箱中避光保存，有效期为 1 个月。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱-串联四极杆质谱仪 (HPLC-MS/MS): 配有电喷雾离子源 (ESI)。

5.2 分析天平: 感量为 0.000 1 g。

5.3 提取器: 具塞密闭, 约 10 mL, 由硬质玻璃制成。

5.4 超声波发生器: 工作频率为 40 kHz。

5.5 有机微孔滤膜: 0.22 μm , 尼龙或有机相。

6 试验步骤

6.1 提取

准确称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 样品, 置于提取器 (5.3) 中, 准确加入 5.0 mL 甲醇 (4.2), 密闭摇匀。置于超声波发生器 (5.4) 中提取 30 min \pm 2 min 后, 用滤膜 (5.5) 过滤至样品瓶中, 以甲醇 (4.2) 稀释 5 倍后, 供 HPLC-MS/MS 分析用。

6.2 HPLC-MS/MS 分析方法

6.2.1 HPLC-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通用参数。设定的参数应保证色谱条件测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离, 以下列出的参数证明是可行的。

a) 色谱条件

- 1) 色谱柱: Eclipse Plus C₁₈ 柱, 3.5 μm , 2.1 mm \times 50 mm, 或性能相当者;
- 2) 流动相 A: 甲醇;
- 3) 流动相 B: 0.01 mol/L 甲酸铵溶液;
- 4) 柱温: 20 $^{\circ}\text{C}$;
- 5) 进样量: 10 μL ;
- 6) 流速: 0.3 mL/min;
- 7) 梯度洗脱程序: 见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	88	12
7.0	90	10
8.0	100	0
10.0	100	0
10.5	88	12
12.0	88	12

b) 质谱条件

- 1) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
- 2) 扫描极性：正离子扫描；
- 3) 扫描方式：多反应监测（MRM）；
- 4) 使用前应调节各参数使质谱灵敏度达到检测要求，其他质谱条件参见附录 B。

6.2.2 HPLC-MS/MS 定性分析

分别取 10 μL 试样溶液（6.1）和混合标准工作溶液（4.7）进行 HPLC-MS/MS 分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液的保留时间以及质谱中的两个离子对进行定性分析，定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准工作溶液的相对丰度一致，相对丰度允许偏差不得超过表 2 规定的范围，则可判断样品中存在相应的被测物。

表 2 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
允许的相对偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

6.2.3 HPLC-MS/MS 定量分析

根据试样中被测物的含量选取响应值相近的标准工作溶液进行分析。以目标化合物的峰面积为纵坐标、以目标化合物的浓度为横坐标做标准工作曲线，按照外标法进行定量计算。标准工作溶液和样品中待测物的响应值均应在仪器线性范围内。如果含量超过标准曲线范围，应用甲醇（4.2）稀释到适当浓度后分析。

注：在上述分析条件下标准工作溶液的多反应监测图（MRM）参见附录 C。

6.3 空白试验

除不加样品外，按 6.1~6.2 试验步骤进行。

7 试验数据处理

7.1 结果计算

本方法测定结果以各种苯并三唑类化合物的检测结果分别表示。

样品中各苯并三唑类化合物的含量以 X_i 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0)Vf}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_i ——从标准工作曲线得到的被测组分溶液的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——从标准工作曲线得到的空白试验溶液的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——超声提取所用甲醇的体积的数值，单位为毫升（mL）；

f ——稀释因子；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

7.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果值的算术平均值表示，按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较

法进行修约，表示到个位数。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

本方法的测定低限为 20 mg/kg。

8.2 回收率

本方法对苯并三唑类化合物的回收率为 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独立两次测试结果的相对标准偏差不大于 10 %，以大于 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（生产厂家、批号、型号和样品状态）；
- b) 本标准编号；
- c) 采用的测试方法；
- d) 测试结果；
- e) 任何偏离本标准的细节；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
标准物质信息

表 A.1 标准物质信息表

化合物名称	缩略名	化学文摘编号 (CAS 号)	分子式	相对分子质量
2-(3-仲丁基-5-叔丁基-2-羟基苯基)苯并三唑	UV-350	36437-37-3	$C_{20}H_{25}N_3O$	323.44
2-(3,5-二叔丁基-2-羟基苯基)苯并三唑	UV-320	3846-71-7	$C_{20}H_{25}N_3O$	323.43
2-(3,5-二叔戊基-2-羟基苯基)苯并三唑	UV-328	25973-55-1	$C_{22}H_{29}N_3O$	351.49
2-(3,5-二叔丁基-2-羟基苯基)-5-氯苯并三唑	UV-327	3864-99-1	$C_{20}H_{24}ClN_3O$	357.88

附 录 B
(资料性附录)
质谱参考条件

优化后的质谱条件：

- a) 电喷雾电压：4 000 V；
- b) 雾化气（氮气）压力：30 psi（207 kPa）；
- c) 干燥气（氮气）流速：12 L/min；
- d) 干燥气（氮气）温度：350 ℃；
- e) 监测离子对信息、碎裂电压及碰撞能量等检测参数见表 B.1。

表 B.1 目标化合物的检测参数

化合物名称	监测离子对 m/z		碎裂电压 V	碰撞能量 eV
	母离子	子离子		
UV-350	324	268 *	120	19
		212	120	27
UV-320	324	268 *	140	23
		212	140	27
UV-328	352	282 *	120	23
		212	120	31
UV-327	358	302 *	136	23
		246	136	31
注：加 “*” 表示为定量离子。				

附录 C

(资料性附录)

苯并三唑类化合物标准物质多反应监测图 (MRM)

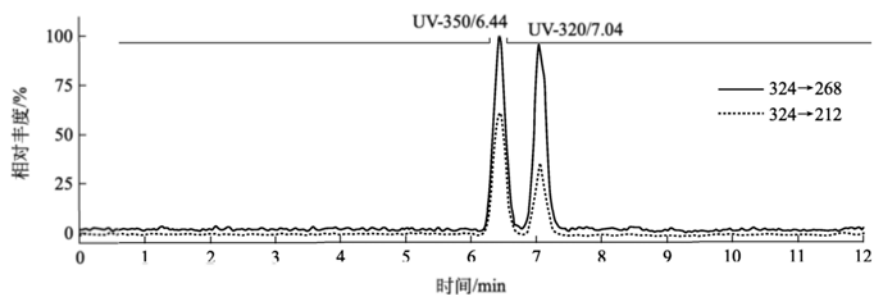


图 C.1 UV-350 和 UV-320 的多反应监测图 (MRM)

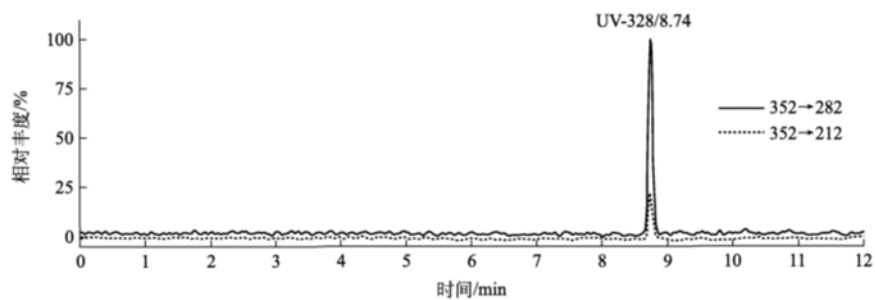


图 C.2 UV-328 的多反应监测图 (MRM)

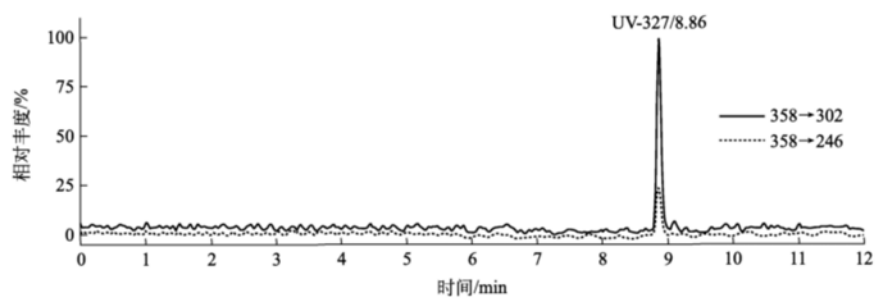


图 C.3 UV-327 的多反应监测图 (MRM)

中华人民共和国
化工行业标准
纺织染整助剂产品中
苯并三唑类化合物的测定

HG/T 5497—2018

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1 字数18.9千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2592

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：14.00元

版权所有 违者必究