

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5662~5664—2019

---

纺织染整助剂  
防水防油剂类产品中  
全氟烷酸（全氟十一酸、全氟十二酸、  
全氟十三酸、全氟十四酸）的测定、  
涂层剂类产品中 *N*-甲基吡咯烷酮  
的测定和柔软剂类产品中羟乙基  
乙二胺（AEEA）的测定  
(2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5662—2019	纺织染整助剂 防水防油剂类产品中全氟烷酸（全氟十一酸、全氟十二酸、全氟十三酸、全氟十四酸）的测定 .....	( 1 )
HG/T 5663—2019	纺织染整助剂 涂层剂类产品中 <i>N</i> -甲基吡咯烷酮的测定 .....	(13)
HG/T 5664—2019	纺织染整助剂 柔软剂类产品中羟乙基乙二胺（AEEA）的测定 .....	(23)

ICS 71. 100. 40  
G 70

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5663—2019

---

### 纺织染整助剂 涂层剂类产品中 *N*-甲基吡咯烷酮的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—  
Determination of *N*-methylpyrrolidone in coating agent

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按 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：传化智联股份有限公司、浙江省检验检疫科学技术研究院、浙江理工大学、中国检验检疫科学研究院、海南速易检测技术研究院有限公司、杭州传化精细化工有限公司。

本标准主要起草人：吴刚、赵婷、席广成、陈海相、董锁拽、何志贵、谢晓磊、赵栋、王力君、印梅芬、张明誉。

## 纺织染整助剂 涂层剂类产品中 *N*-甲基吡咯烷酮的测定

**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涂层剂类产品中 *N*-甲基吡咯烷酮（NMP）的测定方法。

本标准适用于纺织染整助剂涂层剂类产品中 *N*-甲基吡咯烷酮含量的测定。

### 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 原理

以甲醇为溶剂，采用超声波提取纺织染整助剂产品中的 *N*-甲基吡咯烷酮，经滤膜过滤后，采用气相色谱仪（GC）或气相色谱-质谱仪（GC-MS）测定，以外标法定量。

### 4 试剂

4.1 除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂。

4.2 甲醇。

4.3 *N*-甲基吡咯烷酮（ $C_5H_9NO$ ，CAS 编号：872-50-4）标准品：纯度 $\geq 99.5\%$ （质量分数）。

4.4 标准储备溶液：1 000  $\mu g/mL$ 。

用甲醇（4.2）或其他合适溶剂将 *N*-甲基吡咯烷酮标准品（4.3）配制成浓度约为 1 000  $\mu g/mL$  的标准储备溶液。

注：标准储备溶液避光保存，置于 0  $^{\circ}C$ ~4  $^{\circ}C$  下贮存，有效期为 12 个月。

4.5 标准工作溶液。

将标准储备溶液（4.4）用甲醇（4.2）或其他适宜的溶剂分别配制成浓度为 1  $\mu g/mL$ 、3  $\mu g/mL$ 、5  $\mu g/mL$ 、7  $\mu g/mL$  和 10  $\mu g/mL$  的标准工作溶液。或根据需要配制成其他适当浓度的标准工作溶液。

注：标准工作溶液避光保存，置于 0  $^{\circ}C$ ~4  $^{\circ}C$  下贮存，有效期为 3 个月。

### 5 设备和仪器

5.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。

5.2 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击电离源（EI）。

5.3 超声波发生器：工作频率为 40 kHz。

5.4 分析天平：感量为 0.000 1 g 与 0.001 g。

5.5 离心机：可在  $\geq 5\,000$  r/min 稳定控速。

5.6 提取器：50 mL 塑料离心管。

5.7 有机相针式过滤头：0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 6 测定步骤

### 6.1 提取

称取 0.2 g（精确至 0.001 g）样品，置于提取器（5.6）中，准确加入 20 mL 甲醇（4.2），密封后，在超声波发生器（5.3）中超声提取 30 min。冷却至室温后，取上清液，过有机相针式过滤头（5.7）到进样瓶，供气相色谱或气相色谱-质谱仪测定。

注：如果样品经超声萃取出现乳浊现象，可使用离心机（5.5）离心，取上清液进行分析。

### 6.2 分析方法

#### 6.2.1 气相色谱分析条件

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。设定的参数应保证用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：

- 色谱柱：DB-WAX（30 m  $\times$  0.32 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$ ），或性能相当者；
- 色谱柱温度：60  $^{\circ}\text{C}$ （0 min） $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  240  $^{\circ}\text{C}$ （5 min）；
- 进样口温度：240  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 氢火焰离子化检测器检测器温度：240  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 燃烧气：氢气纯度  $\geq 99.999\%$ （体积分数）、流速 30 mL/min，空气纯度  $\geq 99.999\%$ （体积分数）、流速 300 mL/min；
- 补偿气：氮气，纯度  $\geq 99.999\%$ （体积分数），流速 60 mL/min；
- 载气：氮气，纯度  $\geq 99.999\%$ （体积分数），流速 2 mL/min；
- 进样方式：不分流进样，2 min 后开阀；
- 进样量：1  $\mu\text{L}$ 。

#### 6.2.2 气相色谱-质谱分析条件

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。设定的参数应保证用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。

- 色谱柱：DB-WAX（30 m  $\times$  0.32 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$ ），或性能相当者；
- 色谱柱温度：60  $^{\circ}\text{C}$ （1 min） $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  240  $^{\circ}\text{C}$ （5 min）；
- 进样口温度：240  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 质谱接口温度：240  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 离子源温度：230  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 电离方式：EI；

- g) 电离能量: 70 eV;
- h) 检测方式: 选择离子监测 (SIM) 模式, 定量离子 ( $m/z$ ) 99.1, 定性离子 ( $m/z$ ) 40.1、44.1、98.1;
- i) 进样量: 1  $\mu$ L;
- j) 进样方式: 分流进样, 分流比为 10 : 1;
- k) 载气: 氦气, 纯度  $\geq 99.999\%$  (体积分数), 流量 1.0 mL/min;
- l) 溶剂延迟: 4 min。

### 6.2.3 定性分析

分别取提取后的试样溶液和标准工作溶液 (4.5) 等体积参插进样测定, 按本标准 6.2.1 或 6.2.2 条件分析测试。通过比较试样溶液与标准工作溶液色谱峰的保留时间 (变化范围在  $\pm 2.5\%$  以内) 以及特征离子的相对丰度比值进行定性分析, 在本标准 6.2.1 气相色谱分析条件或 6.2.2 气相色谱-质谱分析条件下, *N*-甲基吡咯烷酮的气相色谱图和气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 A 和附录 B,  $m/z$  99.1、40.1、44.1、98.1 的丰度比约为 100 : 74 : 37 : 67。

### 6.2.4 定量分析

根据试样溶液中被测物质含量情况, 选定浓度相近的标准工作溶液 (4.5) 与试样溶液等体积参插进样。以目标化合物的峰面积为纵坐标、以其浓度为横坐标做标准工作曲线, 按照外标法进行定量。试样溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内, 如果超过标准曲线范围, 应稀释到适当浓度后分析。

## 7 空白试验

除不加样品外, 按 6.1~6.2 步骤进行。

## 8 试验数据处理

### 8.1 结果计算

样品中 *N*-甲基吡咯烷酮的含量以  $X$  计, 数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示, 按公式 (1) 计算:

$$X = \frac{A_c c_s V f}{A_s m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A$ ——样品提取液中 *N*-甲基吡咯烷酮的峰面积;

$c_s$ ——标准工作溶液中 *N*-甲基吡咯烷酮的浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

$V$ ——试样萃取液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$f$ ——稀释因子;

$A_s$ ——标准工作溶液中 *N*-甲基吡咯烷酮的峰面积;

$m$ ——样品的质量的数值, 单位为克 (g)。

### 8.2 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, 表示到小数点后 1 位。低于测定下限 (9.1) 时, 试验结果为“未检出”。

## 9 测定低限、回收率和精密度

### 9.1 测定低限

*N*-甲基吡咯烷酮的气相色谱法和气相色谱-质谱法测定低限均为 10.0 mg/kg。

### 9.2 回收率

本方法对 *N*-甲基吡咯烷酮的回收率为 80%~120%。

### 9.3 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的测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 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。

## 10 试验报告

试验报告应包括下列的内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 本标准编号；
- c) 使用的方法；
- d) 与本标准的差异；
- e) 试验结果；
- f) 试验日期。



附 录 A  
(资料性附录)  
N-甲基吡咯烷酮的气相色谱图

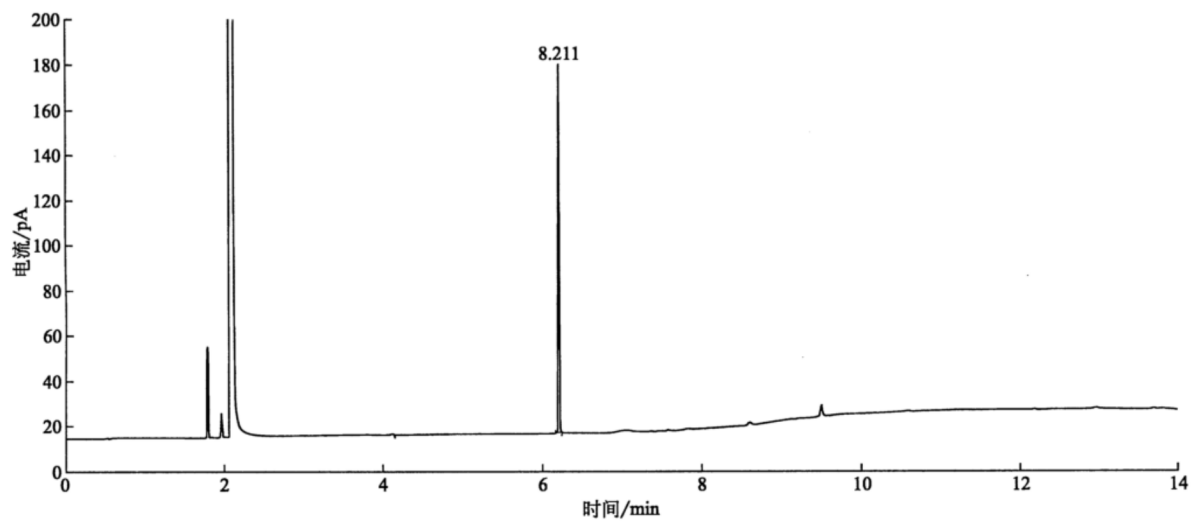


图 A.1 N-甲基吡咯烷酮的气相色谱图

附录 B

(资料性附录)

N-甲基吡咯烷酮的气相色谱-质谱选择离子色谱图

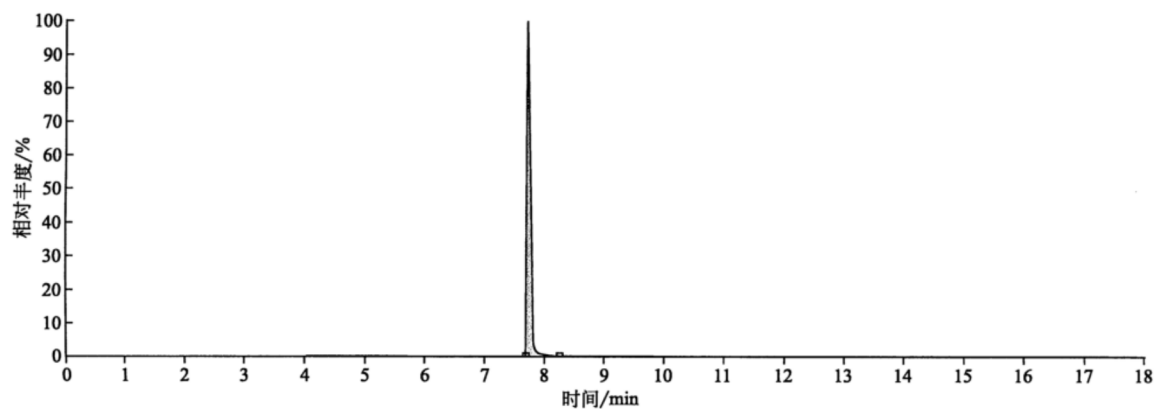


图 B.1 N-甲基吡咯烷酮标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图

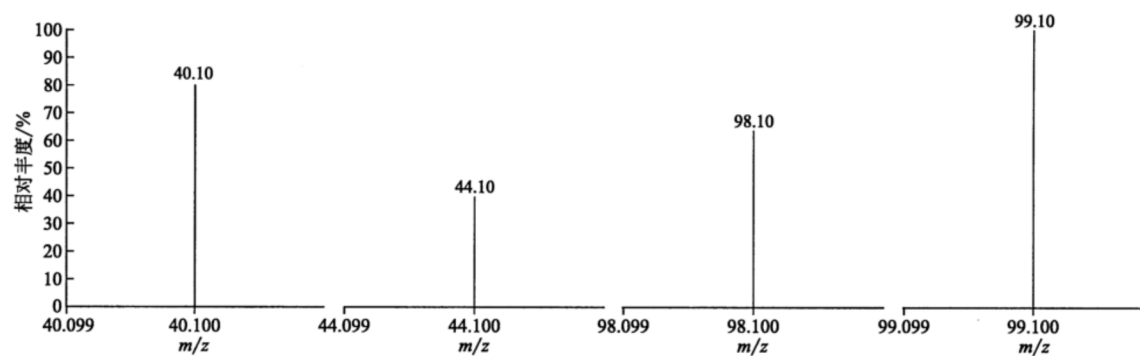


图 B.2 N-甲基吡咯烷酮标准物质的气相色谱-质谱图