

# 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)

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

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

Textile dyeing and finishing auxiliaries—  
Determination of aminoethylethanolamine (AEEA) in softeners

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、南京海关、江苏出入境检验检疫局工业产品检测中心、杭州传化精细化工有限公司。

本标准主要起草人：赵婷、丁友超、汤娟、赵梅、董绍伟、程月、袁碧云、钱凯。

## 纺织染整助剂 柔软剂类产品中羟乙基乙二胺（AEEA）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柔软剂类产品中羟乙基乙二胺（AEEA）残留量的测定方法。  
本标准适用于纺织染整助剂柔软剂类产品中羟乙基乙二胺的测定。

### 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 数据修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 原理

试样中残留的羟乙基乙二胺在碱性条件下与乙酸酐进行衍生化反应，经三氯甲烷提取后，用气相色谱-质谱仪（GC-MS）测定。根据羟乙基乙二胺衍生物的保留时间和质谱进行定性检测，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 中规定的三级水。

4.2 甲醇。

4.3 三氯甲烷。

4.4 乙酸酐。

4.5 氢氧化钾。

4.6 碳酸钾。

4.7 无水硫酸钠。

4.8 氢氧化钾溶液：5.6 g/L。

称取 5.6 g 氢氧化钾（4.5），用水溶解，并定容至 1 000 mL。

4.9 碳酸钾溶液：13.8 g/L。

称取 13.8 g 碳酸钾 (4.6)，用水溶解，并定容至 1 000 mL。

4.10 羟乙基乙二胺 (CAS 编号：111-41-1) 标准品：纯度 $\geq$ 99.0% (质量分数)。

4.11 标准储备溶液：1.0 mg/mL。

准确称取 100 mg 羟乙基乙二胺标准品 (精确至 0.000 1 g) 于 100 mL 容量瓶中，用甲醇 (4.2) 溶解，并定容至刻度，配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液。

注：标准储备溶液置于 0℃~4℃ 下贮存，有效期为 6 个月。

4.12 标准工作溶液。

准确移取适量的标准储备溶液 (4.11)，用甲醇 (4.2) 稀释，配制成所需浓度的系列标准溶液。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击离子源 (EI)。

5.2 平底烧瓶：150 mL。

5.3 索氏提取器：带纤维素套。

5.4 分液漏斗：125 mL。

5.5 旋转蒸发器。

5.6 分析天平：感量分别为 0.000 1 g 和 0.01 g。

## 6 测定步骤

### 6.1 样品前处理

#### 6.1.1 样品提取

##### 6.1.1.1 固体样品

称取 1.0 g (精确至 0.01 g) 样品，至索氏提取器 (5.3) 的纤维素套中，用 100 mL 甲醇 (4.2) 80℃ 回流提取 3 h，浓缩提取液至干。

##### 6.1.1.2 液体样品

称取 2.0 g (精确至 0.01 g) 样品，旋转蒸发至干，将固体残渣转移至索式提取器 (5.3) 的纤维素套中，用 100 mL 甲醇 (4.2) 80℃ 回流提取 3 h，浓缩提取液至干。

#### 6.1.2 样品衍生

加入 40 mL 氢氧化钾溶液 (4.8) 溶解残渣后，转移至分液漏斗 (5.4) 中。加入 2 mL 乙酸酐 (4.4)，充分振荡 2 min。加入 5 mL 三氯甲烷 (4.3)，充分振荡 5 min，静置 5 min。分离出上层清液至另一分液漏斗 (5.4) 中，加入 40 mL 碳酸钾溶液 (4.9)，充分振荡 2 min，静置 5 min。加入适量无水硫酸钠 (4.7)，吸取部分上层清液，供气相色谱-质谱分析使用。

注：标准工作溶液与样品衍生化过程一致。

## 6.2 气相色谱-质谱分析方法

### 6.2.1 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。

- a) 毛细管色谱柱：DB-5 MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm)，或性能相当者；
- b) 进样口温度：280 ℃；
- c) 色谱柱温度：60 ℃ (1 min)  $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  280 ℃ (2 min)；
- d) 离子源温度：230 ℃；
- e) 质谱接口温度：280 ℃；
- f) 质谱扫描范围：45 amu~200 amu；
- g) 质谱扫描模式：选择反应监测 (SIM) 模式，定量离子 ( $m/z$ ) 104，定性离子 ( $m/z$ ) 103、78、51；
- h) 进样方式：分流进样，分流比为 20 : 1；
- i) 载气：氦气 (体积分数≥99.999%)，流量为 1.0 mL/min；
- j) 进样量：1 μL；
- k) 离子源：电子轰击离子源 (EI)；
- l) 电离能量：70 eV。

### 6.2.2 气相色谱-质谱定性分析

标准工作溶液 (4.12) 经衍生化后与试样溶液 (6.1.2) 在设定的气相色谱-质谱条件下分别进样、测定。通过比较试样溶液与标准工作溶液中被测组分色谱峰的保留时间以及质谱中特征离子的相对丰度比值进行定性分析。

注：采用本标准 6.2.1 的分析条件时，羟乙基乙二胺衍生物气相色谱-质谱分析总离子流图及定性选择特征离子图参见附录 A。

### 6.2.3 气相色谱-质谱定量分析

以系列标准工作溶液 (4.12) 的浓度为横坐标、以羟乙基乙二胺衍生物的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。根据试样溶液中被测组分的峰面积，在标准工作曲线上求得试样溶液中羟乙基乙二胺的浓度。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 试验数据的处理

### 7.1 结果计算

样品中羟乙基乙二胺的含量以  $X$  计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (1) 计算：

$$X = \frac{cVf}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$ ——样品溶液的浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

$V$ ——提取溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$f$ ——稀释因子；

(29)

3

$m$ ——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，表示到小数点后 1 位。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 5.0 mg/kg。

### 8.2 回收率

本方法对羟乙基乙二胺的回收率在 80%~110%之间。

### 8.3 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同的设备，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下述内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 本标准编号；
- 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)

羟乙基乙二胺衍生物气相色谱-质谱分析总离子流图及定性选择特征离子图

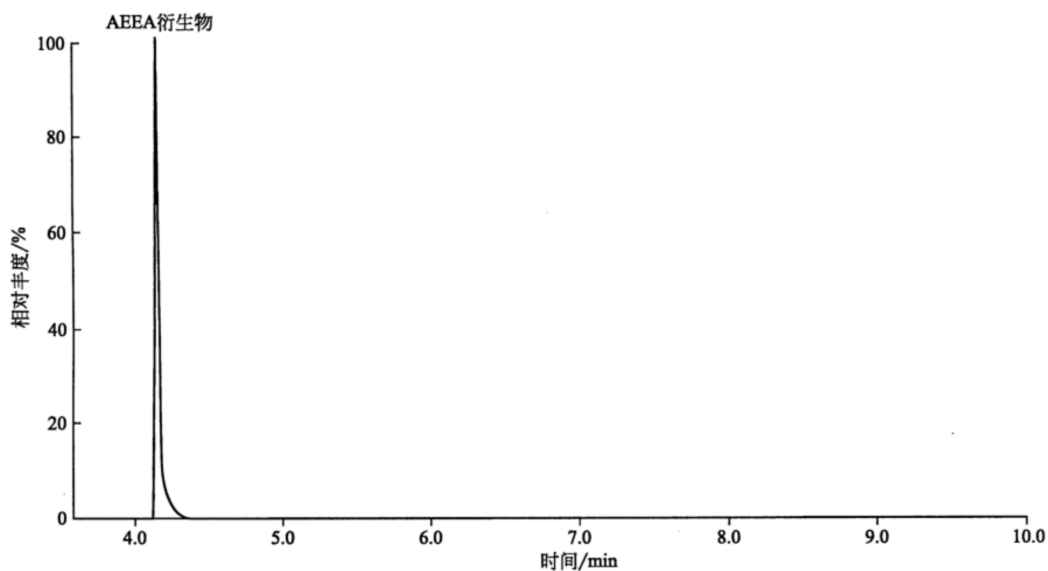


图 A.1 羟乙基乙二胺衍生物气相色谱-质谱分析总离子流图

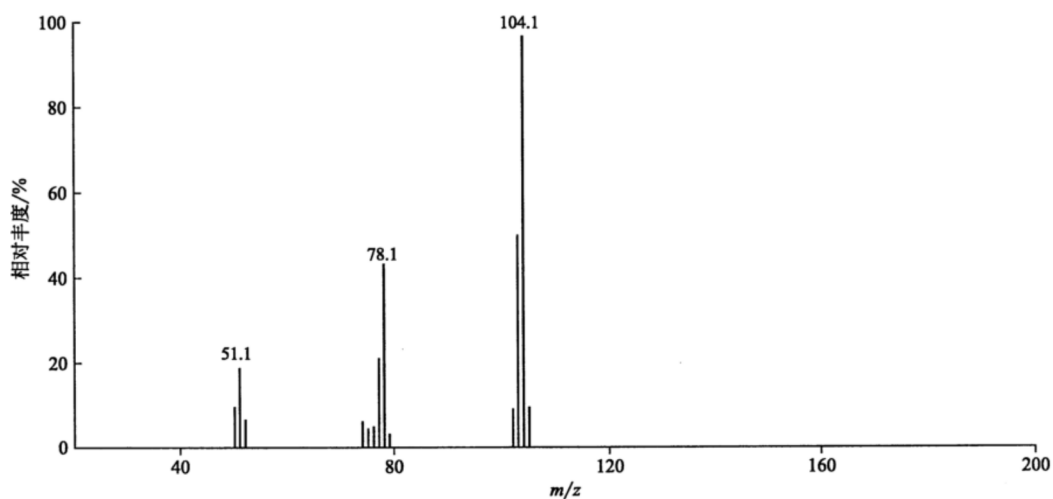


图 A.2 羟乙基乙二胺衍生物定性选择特征离子图