

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5700—2020

纺织染整助剂产品中 禁限用醇醚类溶剂的测定

Determination of banned/limited glycol ethers solvents
in textile dyeing and finishing auxiliaries

2020-12-09 发布

2021-04-01 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：南京海关工业产品检测中心、传化智联股份有限公司、深圳市检验检疫科学研究院、杭州传化精细化工有限公司。

本标准主要起草人：董绍伟、林君峰、赵婷、周佳、王成云、钱凯、丁友超、袁碧云、周宇航。

纺织染整助剂产品中禁限用醇醚类溶剂的测定

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 8 种禁限用乙二醇醚类溶剂含量的测定方法。
本标准适用于纺织染整助剂产品中 8 种禁限用乙二醇醚类溶剂的测定。

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

用乙酸乙酯超声提取样品中乙二醇醚类溶剂，样液用气相色谱-质谱联用仪进行检测，采用全扫描模式（SCAN）进行定性分析，根据选择离子进行外标法定量分析。必要时，样液先进行固相萃取柱净化处理。

4 试剂和材料

4.1 乙酸乙酯：色谱纯。

4.2 8 种乙二醇醚标准物质：纯度 $\geq 97\%$ （质量分数）。

8 种乙二醇醚化合物名称及 CAS 编号见附录 A。

4.3 标准储备溶液：分别准确称取 0.050 0 g 乙二醇醚标准物质（4.2）至 50 mL 棕色容量瓶中，分别用乙酸乙酯（4.1）定容，配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

注：标准储备溶液在 0℃~4℃ 冰箱中保存，有效期 3 个月。

4.4 系列标准工作溶液：根据需要准确移取一定体积的标准储备溶液（4.3），再用乙酸乙酯（4.1）稀释成适当浓度的混合标准工作溶液。

注：标准工作溶液现配现用。不同仪器不同工作条件下测定的线性范围有所不同，8 种乙二醇醚标准溶液浓度范围在 0.2 mg/L~20 mg/L 的线性已被证明可以满足要求。

4.5 固相萃取柱：极性二氧化硅填料（1 g/6 mL），或其他性能相当者。

4.6 有机相滤膜：孔径 0.45 μm 。

5 仪器设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪：配有电子轰击电离源（EI）。

5.2 分析天平：感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

5.3 提取器：约 50 mL，管状，由硬质玻璃制成，具密封塞。

5.4 超声波提取器：工作频率 40 kHz，可控温。

6 测定步骤

6.1 提取

准确称取 1.0 g（精确至 0.01 g）样品，置于 50 mL 提取器（5.3）中，加入 30 mL 乙酸乙酯（4.1），密闭置于超声波提取器（5.4）中，于 50 ℃ 下超声萃取 20 min。取上清液，用有机相滤膜（4.6）过滤至样品瓶中，供气相色谱-质谱联用仪分析。如因样品中杂质浓度太高在仪器分析中出现干扰或污染仪器系统，可将上清液用固相萃取柱（4.5）过滤后，取滤液分析。

6.2 气相色谱-质谱联用仪分析方法

6.2.1 气相色谱-质谱联用仪分析条件

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) 色谱柱：DB-WAX（60 m×0.25 mm×0.25 μm），或其他性能相当者；
- b) 柱温：50 ℃（7 min） $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 140 ℃（1 min） $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 240 ℃（2 min）；
- c) 进样口温度：220 ℃；
- d) 质谱接口温度：250 ℃；
- e) 离子源温度：250 ℃；
- f) 四极杆温度：250 ℃；
- g) 电离方式：EI；
- h) 电离能量：70 eV；
- i) 进样量：1.0 μL；
- j) 进样方式：分流进样，分流比为 10：1；
- k) 载气：氦气，纯度≥99.999%（体积分数），流量 0.8 mL/min；
- l) 溶剂延迟：5.0 min；
- m) 质谱扫描范围：30 amu～300 amu；
- n) 测定方式：全扫描（SCAN）和选择离子监测（SIM）同时进行，选择离子参见附录 B。

6.2.2 定性分析

在 6.2.1 分析条件下进样测定，通过比较试样溶液与标准工作溶液的保留时间（保留时间偏离允差为±0.02 min），并且在扣除背景后的样品谱图中参考定性离子均出现，同时定性离子的丰度比浓度相当的标准工作溶液的相对丰度一致，则可判断样品中存在相应的被测物质。乙二醇醚类溶剂标准物质的气相色谱-质谱色谱图参见附录 C。

6.2.3 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、以浓度为横坐标做标准工作曲线，外标法定量。试样溶液中待测物的响应值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。

6.3 空白试验

除不加样品外，按 6.1~6.2 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乙二醇醚类溶剂的检测结果分别表示。

样品中各种乙二醇醚类溶剂含量以 X_i 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (1) 计算：

$$X_i = \frac{(A_i - A_0)c_i Vf}{A_{is}m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- A_i ——试样溶液中乙二醇醚类溶剂 i 的峰面积 (或峰高)；
- A_0 ——空白试样溶液中乙二醇醚类溶剂 i 的峰面积 (或峰高)；
- c_i ——标准工作溶液中乙二醇醚类溶剂 i 的浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；
- V ——试样溶液定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- f ——稀释因子；
- A_{is} ——标准工作溶液中乙二醇醚类溶剂 i 的峰面积 (或峰高)；
- 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，计算结果表示到小数点后 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

8 种乙二醇醚类化合物的回收率为 75%~100%。

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：

HG/T 5700—2020

- 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) 试验中出现的异常情况；
- f) 试验结果；
- g) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)

乙二醇醚类化合物名称及 CAS 编号

表 A.1 乙二醇醚类化合物中英文名称及 CAS 编号

序号	中文名称	英文名称	CAS 编号
1	乙二醇单甲醚	Ethylene glycol monomethyl ether	109-86-4
2	乙二醇单乙醚	Ethylene glycol monoethyl ether	110-80-5
3	乙二醇二甲醚	Ethylene glycol dimethyl ether	110-71-4
4	二乙二醇二甲醚	Diethylene glycol dimethyl ether	111-96-6
5	三乙二醇二甲醚	Triethylene glycol dimethyl ether	112-49-2
6	乙二醇甲醚乙酸酯	Ethylene glycol monomethyl ether acetate	110-49-6
7	乙二醇乙醚乙酸酯	Ethylene glycol monoethyl ether acetate	111-15-9
8	2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯	Propylene glycol monomethyl ether acetate, beta-isomer	70657-70-4

附 录 B

(资料性附录)

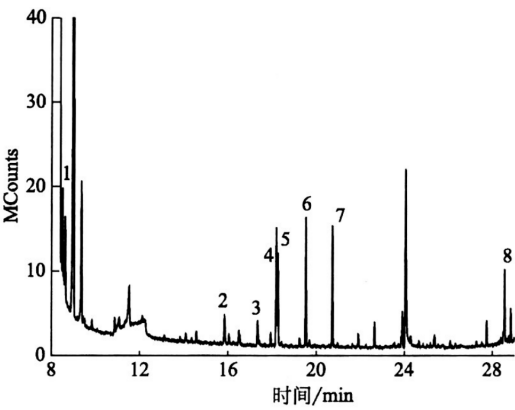
乙二醇醚标准物质的参考定性离子和参考定量离子

表 B.1 乙二醇醚标准物质的参考定性离子和参考定量离子

序号	名 称	保留时间/min	参考定量离子	参考定性离子及丰度比
1	乙二醇二甲醚	9.132	45	45 : 60 : 58 : 90=999 : 184 : 104 : 92
2	乙二醇单甲醚	16.113	45	45 : 31 : 47 : 43=999 : 145 : 71 : 61
3	乙二醇单乙醚	17.558	59	59 : 31 : 72 : 45=999 : 527 : 349 : 293
4	乙二醇甲醚乙酸酯	18.238	43	43 : 58 : 45 : 73=999 : 600 : 510 : 60
5	2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯	18.309	59	59 : 43 : 31 : 72=999 : 380 : 80 : 60
6	乙二醇乙醚乙酸酯	19.631	43	43 : 59 : 72 : 87=999 : 460 : 460 : 120
7	二乙二醇二甲醚	20.820	59	59 : 58 : 31 : 45=999 : 419 : 261 : 218
8	三乙二醇二甲醚	29.769	59	59 : 58 : 45 : 103=999 : 362 : 239 : 133

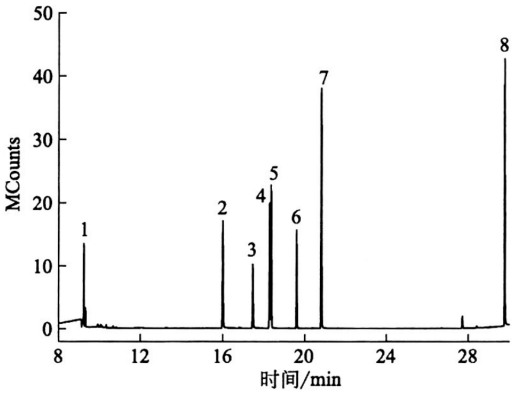
附录 C
(资料性附录)

乙二醇醚类溶剂标准物质的气相色谱-质谱色谱图



说明：
1——乙二醇二甲醚； 4——乙二醇甲醚乙酸酯； 7——二乙二醇二甲醚；
2——乙二醇单甲醚； 5——2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯； 8——三乙二醇二甲醚。
3——乙二醇单乙醚； 6——乙二醇乙醚乙酸酯；

图 C. 1 乙二醇醚类溶剂标准物质的全扫描 (SCAN) 总离子流色谱图



说明：
1——乙二醇二甲醚； 4——乙二醇甲醚乙酸酯； 7——二乙二醇二甲醚；
2——乙二醇单甲醚； 5——2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯； 8——三乙二醇二甲醚。
3——乙二醇单乙醚； 6——乙二醇乙醚乙酸酯；

图 C. 2 乙二醇醚类溶剂标准物质的选择离子监测 (SIM) 色谱图