

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

纺织染整助剂产品中硫脲的测定

Determination of the thiourea in textile dyeing and finishing auxiliaries

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

纺织染整助剂产品中硫脲的测定

警示：使用本标准的人员应有正规实验室的实践经验。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

本文件描述了采用液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）测定纺织染整助剂产品中硫脲的方法。
本文件适用于纺织染整助剂产品中硫脲含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

用甲醇/乙腈溶液溶解并提取试样中的硫脲，提取液经过稀释、过滤后，用液相色谱-串联质谱仪测定硫脲含量，以外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的二级水。

5.1 甲醇：色谱级。

5.2 乙腈：色谱级。

5.3 乙酸铵：色谱级。

5.4 硫脲标准物质（CAS 编号：62-56-6）：≥98%（质量分数）。

5.5 甲醇溶液，80%（体积分数）：移取 80 mL 甲醇（5.1）至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

5.6 乙酸铵溶液，5 mmol/L：称取 0.385 g 乙酸铵（5.3），用水溶解，定容至 1 L。

5.7 标准储备溶液，1000 mg/L：称取 10 mg（精确至 0.1 mg）用乙腈（5.2）溶解并转移至 10 mL 容量瓶中，用乙腈（5.2）定容至刻度。

注：标准储备溶液保存在 0 °C~4 °C 的避光环境中，有效期为 6 个月。

5.8 系列标准工作溶液：准确吸取标准储备溶液（5.7），用乙腈（5.2）逐级稀释，准确配制浓度为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L。

注：系列标准工作溶液保存在 0 °C~4 °C 的避光环境中，有效期为 1 个月。

6 仪器设备

6.1 液相色谱-串联四级杆质谱仪（LC-MS/MS）：配有电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量 0.1 mg。

6.3 离心管：50 mL，带旋盖。

6.4 容量瓶：10 mL、100 mL、1 L。

6.5 涡旋混合器。

6.6 超声波发生器：工作频率为 40 kHz。

6.7 离心机：转速 4000 r/min。

6.8 针式过滤头：0.45 μm，尼龙或有机相。

7 试验步骤

7.1 试样处理

取有代表性的样品，充分混匀。准确称取 0.1 g（精确至 0.001 g）样品至 50 mL 离心管，加入 5 mL 甲醇溶液（5.5），旋紧盖子。涡旋混合 2 min，再加入 5 mL 乙腈（5.2），室温超声 30 min。

若样品能与萃取溶剂互溶，准确移取 0.1 mL 萃取液至 10 mL 容量瓶中，用乙腈（5.2）定容至刻度，摇匀，取适量定容后的溶液用针式过滤头过滤，供 LC-MS/MS 测定；若混合时样品产生沉淀或不能完全溶解，在超声后将离心管置于离心机中，选择 4 000 r/min 离心 15 min，准确移取 0.1 mL 上层清液至 10 mL 容量瓶中，用乙腈（5.2）定容至刻度，摇匀，取适量定容后的溶液用针式过滤头过滤，供 LC-MS/MS 测定。

7.2 分析方法

7.2.1 分析条件

由于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) 色谱条件

- 1) 色谱柱：HILIC 柱，150 mm×3.0 mm×3 μm，或相当者；
- 2) 流动相 A：乙腈（5.2）；
- 3) 流动相 B：5 mmol/L 乙酸铵溶液（5.6）；
- 4) 柱温：40 °C；
- 5) 进样量：10 μL；
- 6) 流速：0.3 mL/min；
- 7) 洗脱程序：见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	90	10
2	90	10
7	50	50
9.5	50	50
10	90	10
14	90	10

b) 质谱条件

- 1) 离子源：电喷雾离子源。
- 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 A。

7.2.2 定性分析

按照7.2.1分析条件对系列标准工作溶液和试样溶液依次进行分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液的保留时间以及质谱离子的相对丰度进行定性分析，定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准溶液的相对丰度偏差不超过表2规定的范围，则可判断样品中存在相应的待测物。硫脲的液相色谱图参见附录 B。

表 2 定性分析时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度，k/%	k>50	20<k≤50	10<k≤20	k≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.2.3 定量分析

以目标化合物的峰面积为纵坐标，以其浓度为横坐标绘制标准工作曲线，以外标法进行定量。试样溶液中目标化合物的响应值均应在仪器检测的线性范围内，如果试样溶液浓度超过标准工作曲线范围，用乙腈（5.2）稀释到适当浓度后再分析。

7.3 空白试验

除不加试样外，按照7.1～7.2步骤进行。

8 试验数据处理

8.1 计算结果

试样中硫脲的含量以 X_i 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（1）计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_i ——试样溶液中目标化合物浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——空白溶液中目标化合物浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

f ——稀释因子；

m ——试样质量的数值，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，按照GB/T 8170—2008中3.2的规定修约至个位。

9 测定低限、回收率和精密度

9.1 测定低限

本文件对硫脲的测定低限为50 mg/kg。

9.2 回收率

样品加标回收率为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

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 本文件的编号；
- c) 与本文件的差异；
- d) 试验中出现的异常情况；
- e) 试验结果；
- f) 试验日期；
- g) 任何偏离本文件的说明。

附 录 A
(资料性附录)
质谱参考条件

优化后的质谱条件:

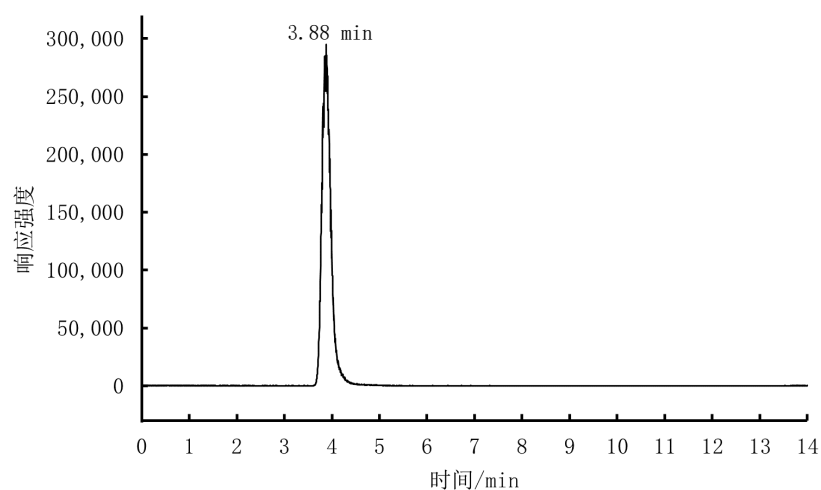
- a) 电喷雾电压: 5500 V。
- b) 雾化气(氮气)压力: 50 psi (345 kPa)
- c) 毛细管温度: 500 °C
- d) 表A. 1给出了硫脲的监测离子对、碰撞能量等信息。

表 A. 1 目标化合物的监测离子对和其他质谱参数

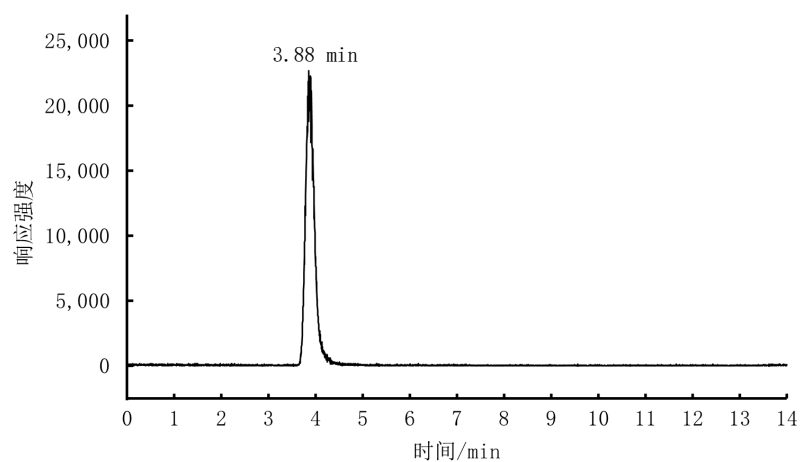
化合物名称	监测离子对 (m/z)	去簇电压 (DP) /V	入口电压 (EP) /V	碰撞气能量 (CE) /V	碰撞室出口电压 (CXP) /V
硫脲	77.1/60.0*	31	10	22	6
	77.1/43.1	31	10	41	12
注: “*” 为定量离子对。					

附录 B
(资料性附录)
硫脲的多反应监测图

图 B.1 给出了硫脲的多反应监测图。



a) 硫脲的77.1→60.0监测图



b) 硫脲的77.1→43.1监测图

注：图中硫脲的浓度为0.1 mg/L。

图 B.1 硫脲的多反应监测图