

项目编号：2023-1482T-HG

# 中华人民共和国化工行业标准

## 纺织染整助剂产品中硫脲的测定

### 编制说明

（征求意见稿）

深圳天祥质量技术服务有限公司广州分公司等

2024 年 6 月

# 《纺织染整助剂产品中硫脲的测定》

## 化工行业标准编制说明

### 1 项目来源

根据中华人民共和国工业和信息化部办公厅 2023 年 11 月下达的工信厅科函〔2023〕291 号文《工业和信息化部办公厅关于印发 2023 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》，《纺织染整助剂产品中硫脲的测定》列入 2023 年第三批化工行业标准制定计划，项目编号为 2023-1482T-HG，该项目为基础通用项目，由深圳天祥质量技术服务有限公司广州分公司、传化智联股份有限公司等负责起草，该标准由全国染料标准化委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口，要求 2025 年 10 月前完成报批。

根据实际开展情况，标准制定工作由深圳天祥质量技术服务有限公司广州分公司、传化智联股份有限公司等承担。

### 2 标准制定的目的、意义

硫脲是工业、农业、医药等领域重要的原材料，在纺织和印染产业中，硫脲作为一些染料或整染助剂中的重要组分用于提高溶解性，可以用作交联剂、漂白剂和抗氧化剂，也可以用于匀染剂、洗涤、分散和乳化剂等。现有的研究已经证明硫脲是一种 CMR（致癌、致突变、致畸）物质，对人体健康具有潜在的危害：如可抑制甲状腺和造血器官的功能，并对上呼吸道产生一定的刺激性。

纺织产品的生态安全性是全球纺织品服装贸易的重要要求。纺织染整助剂作为纺织品的专用化学品，从源头加强有害物质的检测和控制，有利于降低下游纺织产品中的有害物质风险，保障人身健康安全。由国际著名的服装和鞋类品牌及采购商参与成立的有害化学物质零排放联盟（ZDHC）制订的染化料助剂有害物质管控的限用物质清单 MRSL，已将硫脲收录其中，限值要求 $\leq 1000$  mg/kg。Bluesign、ECO PASSPORT by OEKO-TEX 等国际认证也对硫脲提出了相应的限制要求。

纺织染整助剂作为消费品（纺织品）的生产原料，其有害物质的测定备受关注，本标准制定符合《国务院关于印发深化标准化工作改革方案的通知》（国发

〔2015〕13 号）中关于加强保障人身健康、生态环境安全的要求，符合《国家标准化体系建设发展规划（2016-2020 年）》中“三、重点领域-消费品”中关于开展消费品安全标准和配套检验方法的制定与实施、“四、重大工程-消费品安全标准化工程”中“建立完善消费品安全标准体系、促进我国消费品安全 and 质量水平不断提高；围绕化学安全等开展消费品安全标准‘筑篱’专项行动”的要求。为迎接如今国际上越来越严格的生态环保要求，积极应对各类贸易性技术壁垒，促进产品质量发展，有必要建立纺织染整助剂中硫脲测定的方法，直接从源头对纺织染整助剂和纺织产品质量进行监控。

目前国内外尚未有成熟的关于染整助剂中硫脲含量测定的检测标准和方法。国内外在其他领域（比如食品检测领域）对硫脲的检测方法主要有三类：一是利用硫脲的还原性，采用碘量法对其进行氧化还原滴定来测定其含量；二是利用在乙酸介质中硫脲可被亚硝酸钠氧化生成硫氰酸，从而可与  $\text{Fe}^{3+}$  生成红色配合物，采用分光光度法测定硫脲含量；三是利用硫脲的紫外吸收特性，采用高效液相色谱-紫外检测器（HPLC-DAD）进行分析测定，如 YC/T 441-2012《烟用添加剂禁用成分 硫脲的测定 高效液相色谱法》和食品补充检验方法 BJS 201602《小麦粉中硫脲的测定》。但是由于纺织染整助剂种类复杂，测试干扰物多，现有的与硫脲检测相关的测试方法无法用于纺织染整助剂中硫脲的测定。本标准拟重点对样品前处理进行研究，并采用液相色谱串联质谱检测仪（LC-MS/MS）进行检测，该方法对目标物的选择性好，灵敏度高，可以避免复杂基质的干扰，更适用于纺织染整助剂复杂基质中硫脲的测定。

### 3 标准制定工作过程简况

1) 2022 年 12 月-2023 年 5 月，调研行业对此标准的需求，查阅国内外有关文献和标准。

2) 2023 年 6 月-2023 年 9 月，对国内外的分析检测标准进行对比分析，与合作单位进行技术交流确定实验方案，对方法的可行性进行了论证。2023 年 10 月计划下达。

3) 2023 年 10 月-2023 年 11 月，成立了研制本标准的项目组，讨论并确定了制定标准的原则，并对研究任务进行了分工。

4) 2023 年 12 月-2024 年 3 月,开展样品的前处理技术研究和仪器分析检测研究,初步建立本项标准方法。

5) 2024 年 4 月-2024 年 6 月,完善标准方法,开展实际样品检测,对相关实验数据和验证结论进行整理并形成标准征求意见稿和编制说明征求意见稿,发各委员及有关生产单位征求意见。

## 4 采用国际标准和国外先进标准情况

标准起草小组没有查询到国外相关标准资料,本标准未采用国际标准和国外先进标准。

## 5 标准制定的主要内容和依据

### 5.1 编写格式和原则

本文件严格按照 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》及 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第 4 部分:试验方法标准》进行编写。

本标准按照先进性、科学性和实用性相结合的原则进行编制,在对纺织染整助剂产品特性了解的基础上,广泛参考相关行业标准及文献资料,建立适用的分析测试方法,征求行业内的专家、学者以及技术人员的意见和建议,密切联系实际,注重科学性和可操作性的充分结合,以便于标准颁布后的推广和应用。

### 5.2 标准适用范围确定

本标准描述了液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)测定纺织染整助剂产品中硫脲的方法。

本标准适用于纺织染整助剂产品中硫脲含量的测定。

## 6 实验方法的分析和验证

### 6.1 方法原理

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。

### 6.2 技术路线确定

#### 6.2.1 试验样品

选用了由传化智联股份有限公司提供的试样及市场样共 15 个，包括：水性粘合剂、粘合剂、匀染剂、固色剂、增稠剂、阻燃剂、阻燃胶、无氟防水加工剂、硬挺剂、退浆剂、柔滑整理剂、荧光增白剂 1#、荧光增白剂 2#、片状柔软剂和粉末精炼剂。

这些样品都为常见的染整助剂，其中含有的化学杂质和干扰物的种类及浓度都不同。此外，这些染整助剂都具有不同的性能，用于印染整理的不同工艺中，具有广泛的代表性。

#### 6.2.2 仪器、试剂与材料

液相色谱（美国赛默飞公司，型号：Thermo UltiMate 3000，配有电喷雾离子源）串联四级杆质谱仪（LC-MS/MS）（美国 AB 公司，型号：AB Sciex Triple Quad 4500）；超声波发生器（Crest Ultrasonics 公司，型号：P2600D）；离心机（无锡百泰克生物技术有限公司，型号：CR3180）；超纯水系统（四川优普超纯科技有限公司，型号：ULUP-IV-20T）；电子天平（感量 0.1 mg，梅特勒-托利多仪器上海有限公司，型号：ME204E）；聚四氟乙烯有机相针式滤器（13 mm×0.22 μm，浙江欧尔赛斯科技有限公司）。

乙醇（色谱纯，康科德科技有限公司）；乙腈（色谱纯，上海安谱实验科技股份有限公司）；乙酸铵（色谱纯，上海阿拉丁生化科技股份有限公司）。

#### 6.2.3 标准物质

硫脲（CAS No: 62-56-6，纯度 99.2%）购于上海安谱瑾世标准技术服务有限公司；二氧化硫脲（CAS No: 1758-73-2，纯度 96.7%）购于坛墨质检科技股份有限公司。

#### 6.2.4 标准溶液配制

标准储备溶液，1000 mg/L：分别准确称取一定量的硫脲和二氧化硫脲标准品，分别用乙腈溶解并定容，配制成质量浓度为 1000 mg/L 的单一标准储备液。

标准中间溶液，10 mg/L：分别移取一定体积上述 2 种标准储备溶液，配制成质量浓度为 10 mg/L 标准中间溶液。

混合标准工作溶液，0.2 mg/L：移取一定体积上述两种标准中间溶液，配制成质量浓度为 0.2 mg/L 硫脲和二氧化硫脲混合标准工作溶液。

标准中间溶液，1 mg/L：分别移取一定体积上述 2 种 10 mg/L 标准工作溶液，

配制成质量浓度为 1 mg/L 硫脲和二氧化硫脲标准工作溶液。

系列标准工作溶液：分别准确移取 0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL 1 mg/L 标准中间溶液于 10 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，得到硫脲、二氧化硫脲浓度各为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL 和 100 ng/mL 的系列标准工作溶液。

#### 6.2.5 样品前处理

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 80% 甲醇溶液，旋紧盖子。涡旋混合 2 min，再加入 5 mL 乙腈，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，用乙腈定容至刻度，摇匀。取适量定容后的溶液用 0.45  $\mu\text{m}$  的针式过滤头过滤，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 4000 r/min 离心 15 min，准确移取 0.1 mL 上层清液至 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，摇匀。取适量定容后的溶液用 0.45  $\mu\text{m}$  的针式过滤头过滤，供 LC-MS/MS 测定。

#### 6.2.6 分析条件

##### a) 色谱条件

色谱柱：Chromcore HILIC-Slica 柱（品牌：Nanochrom），150 mm $\times$ 3.0 mm $\times$ 3  $\mu\text{m}$ ；

流动相 A：乙腈；

流动相 B：5 mmol/L 乙酸铵溶液；

柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ ；

进样量：10  $\mu\text{L}$ ；

流速：0.3 mL/min；

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

离子源：电喷雾离子源（ESI）。

扫描极性：正离子扫描。

扫描方式：多反应监测（MRM）。

电喷雾电压：5500 V。

雾化气（氮气）压力：50 psi（345 kPa）

毛细管温度：500 °C

表 2 给出了硫脲的监测离子对、碰撞能量等信息。

表 2 硫脲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。					

## 6.2.7 色谱柱的选择

硫脲在染整助剂产品中的存在往往是来源于二氧化硫脲的生产原料残留，二者在样品中经常同时存在，而硫脲和二氧化硫脲化学结构比较相似，在某些色谱条件下可能难以分离，从而对硫脲的检测产生干扰。硫脲相对分子量较小，极性较强，在各类型的色谱上保留时间均较小，为了满足染整助剂样品复杂基质的分离干扰要求，本试验比较了常用的 C<sub>18</sub> 柱和文献使用过的 HILIC 柱对硫脲和二氧化硫脲的分离效果。在相同的流动相条件下，使用 C<sub>18</sub> 柱时，二氧化硫脲出峰时间与硫脲基本一致，如图 1 所示，二者出峰时间较早，硫脲出峰时间  $t_{R2}=1.25$  min,

峰宽  $W_1=1.50-1.10=0.4$  min, 二氧化硫脲出峰时间  $t_{R1}=1.17$  min, 峰宽  $W_2=1.35-1.05=0.3$  min, 分离度  $R=2*(t_{R2}-t_{R1})/(W_1+W_2)=0.23$ , 二者几乎无法分离。使用 HILIC 柱时, 硫脲出峰时间  $t_{R2}=3.43$  min, 峰宽  $W_1=3.6-3.25=0.35$  min, 二氧化硫脲出峰时间  $t_{R1}=5.05$  min, 峰宽  $W_2=5.2-4.9=0.3$  min, 分离度  $R=4.98$ , 色谱柱对二者的分离能力良好, 可避免互相干扰, 且目标物峰型较好。对比以上两种色谱柱对二者的分离效果, 本方法采用 HILIC 色谱柱。

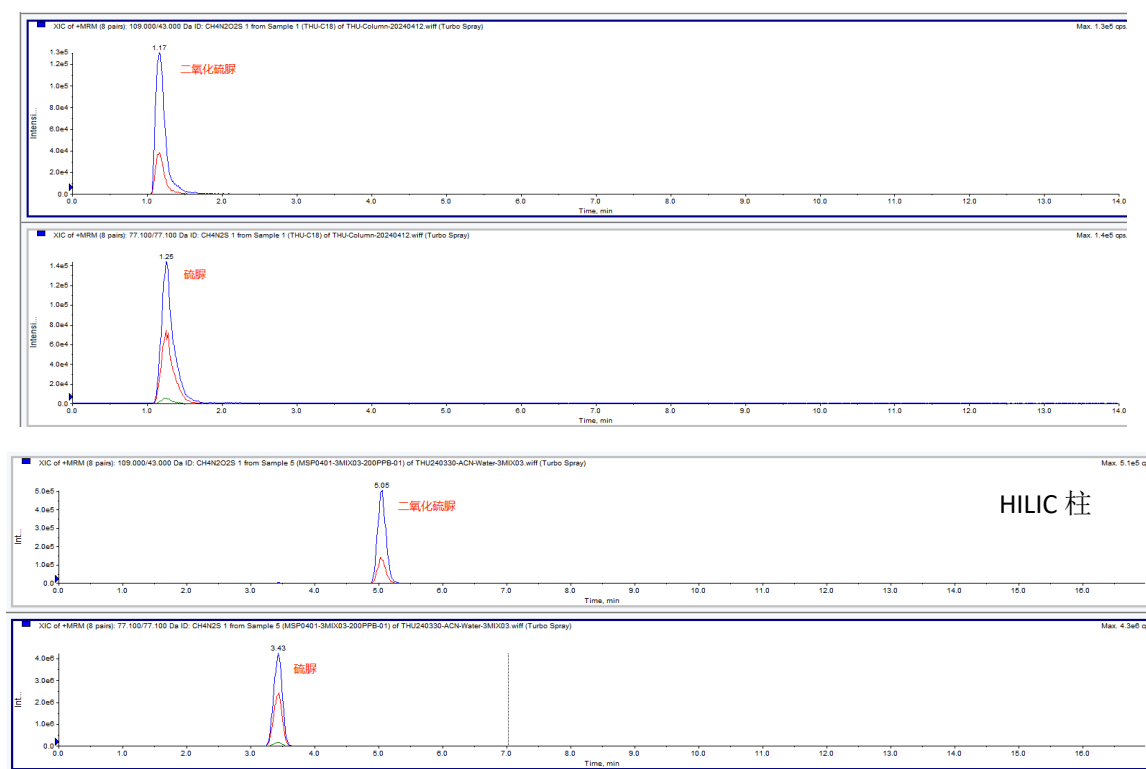


图 1 C<sub>18</sub>柱和 HILIC 柱对硫脲、二氧化硫脲的分离情况

## 6.2.8 流动相的优化

甲醇和乙腈为液相色谱分析时最常使用的有机流动相, 但试验表明, 甲醇会导致 HILIC 柱的背景压力过高, 而改用多种比例的乙腈, 色谱柱背景压力均适中, 且相同条件下, 使用乙腈作为流动相, 硫脲信号的响应强度比甲醇体系高, 如图 2 所示, 因此本方法选择乙腈作为有机流动相。



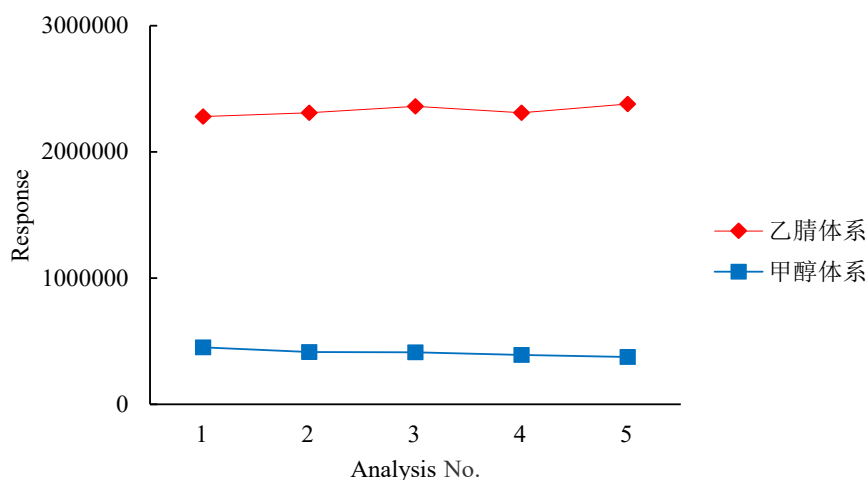


图 2 不同流动相体系硫脲响应强度比较

流动相中挥发性盐的离子浓度是影响 HILIC 柱分离效果的因素之一，实验分别比较了不同浓度的乙酸铵水溶液对硫脲、二氧化硫脲色谱分离效果的影响，不同浓度的乙酸铵水溶液都能使两者完全分离，考虑方法的普遍适用性，本方法采用常用的 5 mmol/L 的乙酸铵水溶液。硫脲和二氧化硫脲在不同比例的乙腈流动相中，保留顺序不变，保留时间有较大偏差，实验比较了 80%乙腈-20%含 5 mmol 的乙酸铵的水溶液与 90%乙腈-10%含 5 mmol 的乙酸铵的水溶液中两物质的分离度。结果表明，在 80%乙腈-20%含 5 mmol 的乙酸铵的水溶液中，两者的分离度为 4.98，而在 90%乙腈-10%含 5 mmol 的乙酸铵的水溶液中，两者的分离度能够达到 15.8，如图 3 所示。因此，本方法采用 90%乙腈-10%含 5 mmol 的乙酸铵的水溶液作为初始流动相。

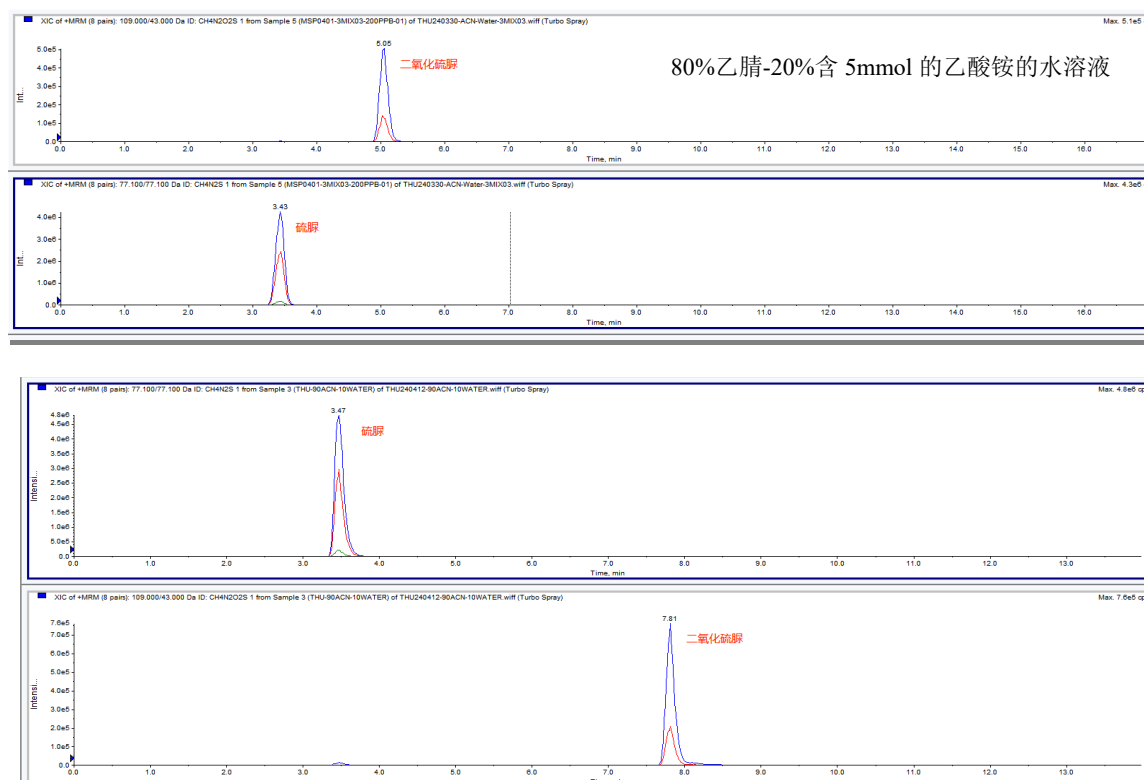


图 3 不同流动相配比的色谱图比较

## 6.2.9 柱温的选择

本试验比较了三种不同柱温箱温度 20℃、30℃、40℃下目标物硫脲的响应强度。结果表明，柱温箱设置 40℃时，硫脲的响应最好，如图 4 所示，且此温度下硫脲的峰形和分离度都较好。因此，本方法设置柱温箱温度为 40℃。

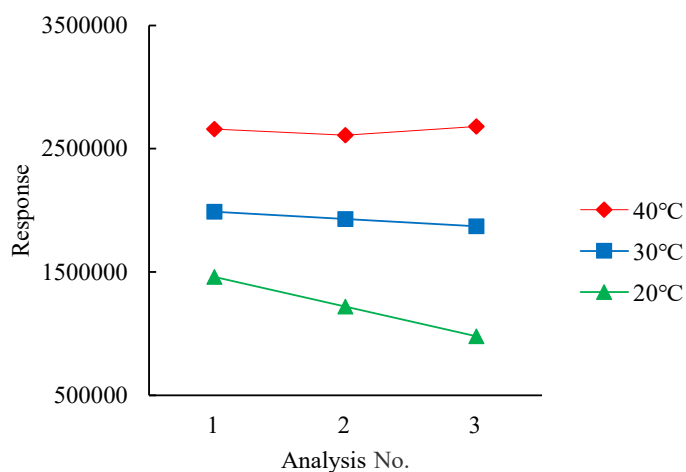


图 4 不同柱温箱温度下硫脲响应强度比较

## 6.2.10 前处理条件的优化

6. 2. 10. 1 提取溶剂的选择

纺织染整助剂样品组分复杂，形态多样，在进行样品预处理前最好预先取样均质，通常可采用超声波液液萃取的提取方法。目标物硫脲属于极性物质，易溶于水、甲醇或乙腈等极性溶剂，对水溶性样品可直接用水提取；对非水溶性或含有脂溶性组分的样品，直接用水提取时提取剂很难渗透至样品内部，难以充分提取样品中的硫脲。因此，本研究以固色剂，增稠剂，阻燃剂，阻燃胶，硬挺剂和荧光增白剂六种常见染整助剂基质为研究对象，以添加回收的形式研究了 3 种不同提取试剂对硫脲提取情况的影响。试验结果如图 5 所示，硫脲在 3 种提取溶剂中的回收率有较大的差异，其中以 80%甲醇加乙腈的提取溶剂组合最为合适。对比不同溶剂组合的提取现象，如表 3 所示，80%甲醇加乙腈也是对各种基质溶解和分散表现最好的溶剂组合。此外，试验表明采用先加入 80%甲醇与样品充分混合，再加入乙腈超声萃取的步骤比直接加入甲醇和乙腈混合溶剂超声萃取更能帮助复杂基质的样品溶解和分散。因此，本方法选择 80%甲醇溶液加上乙腈作为提取溶剂。

表 3 不同溶剂对常见染整助剂基质的提取现象比较

助剂名称	外观	不同溶剂的提取现象			
		乙腈	0.1%甲酸+乙腈	80%甲醇：乙腈 (1:1)	80%甲醇+乙腈
固色剂	棕褐色乳状液体	结块	分层	全溶	全溶
增稠剂	白色胶状液体	沉淀	沉淀	沉淀	少量沉淀
阻燃剂	透明清澈液体	结块	少量沉淀	少量沉淀	少量沉淀
阻燃胶	乳白色胶状液体	沉淀	沉淀	沉淀	少量沉淀
硬挺剂	乳白色液体	沉淀	结块	少量沉淀	全溶
荧光增白剂 1#	暗绿色荧光液体	沉淀	沉淀	少量沉淀	少量沉淀

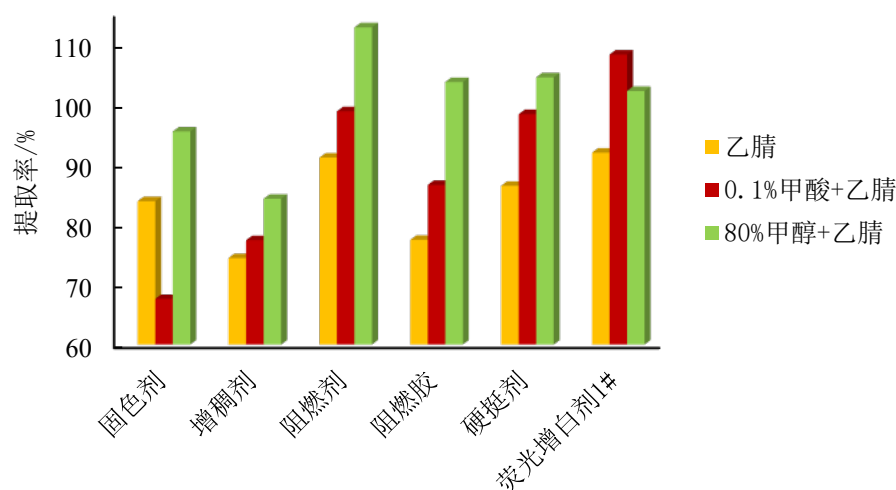


图 5 不同提取溶剂对硫脒的提取情况对比

注：提取方式：超声提取；超声时间：30 min，超声温度：室温

#### 6.2.10.2 提取条件的优化

本研究采用超声提取作为样品提取的方式，影响超声提取效率的关键因素主要有超声时间、超声温度和工作频率。理论上，超声温度或超声功率的提高，以及超声时间的延长有利于提高待测化合物的提取率，但杂质的提取量也会随之变高。经过条件优化，在保证回收率的前提下，考虑到方法的普遍适用性，本方法选择室温超声提取 30 min，超声工作频率 40 kHz 作为提取条件。

#### 6.2.11 方法学评价

##### 6.2.11.1 线性范围、检出限及定量限

将混合标准工作溶液配制成质量浓度分别为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL 和 100 ng/mL 的系列标准工作溶液，按照 6.2.6 中分析条件进行测定，将各组分的峰面积 ( $Y$ ) 和对应的质量浓度 ( $X$ , ng/mL) 进行线性回归分析，得到线性方程。线性相关系数 ( $r^2$ ) 为 0.9999，表明硫脒在对应的质量浓度范围内线性关系良好。

在阴性样品中分别添加不同水平的待测组分，根据 3 倍和 10 倍信噪比分别确定硫脒的检出限 (LODs,  $S/N=3$ ) 和定量限 (LOQs,  $S/N=10$ )，结果见表 4。硫脒的线性范围在 5 ng/mL~100 ng/mL 之间，检出限为 10 mg/kg，定量限为 35 mg/kg，能满足目前相关法规的检测要求。

表 4 硫脲的线性范围、回归方程、相关系数、检出限和定量限

化合物	线性范围/ (ng/mL)	回归方程	$r^2$	LOD/ (mg/kg)	LOQ/ (mg/kg)
硫脲	5-100	$y = 35539x - 20249$	0.9999	10	35

#### 6.2.11.2 回收率和精密度

分别以阴性的固色剂（液体）、片状柔软剂（固体）和硬挺剂（乳液）为样本，采用加标法进行回收率和精密度试验，作三个添加水平，每个添加水平作 6 次平行，结果见表 5。在 50 mg/kg、500 mg/kg、1000 mg/kg 三个添加水平下，硫脲的平均回收率为 90%~107%，RSD 值均不大于 4.1%。

考虑到不同实验室的仪器状态不同，也为了本标准应用更为广泛，将本标准文本中硫脲的定量限变更为 50 mg/kg，回收率为 80%~120%。

表 5 阴性样品中硫脲的平均加标回收率和相对标准偏差 RSD (n=6)

化合物	添加水平/ mg/kg	固色剂		片状柔软剂		硬挺剂	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
硫脲	50	91	2.6	103	4.1	90	3.4
	500	105	2.2	104	3.4	96	3.0
	1000	107	2.5	99	3.5	97	2.8

#### 6.3 实际样品分析

按本标准制定的检测方法，对上述15种染整助剂进行分析检测，检测结果见表6，样品均未检出硫脲。

表 6 15 种染整助剂硫脲检测情况

序号	样品名称	检出物	测定值/ (mg/kg)
1	水性粘合剂	未检出	-
2	粘合剂	未检出	-
3	匀染剂	未检出	-
4	固色剂	未检出	-
5	增稠剂	未检出	-
6	阻燃剂	未检出	-
7	阻燃胶	未检出	-
8	无氟防水加工剂	未检出	-
9	硬挺剂	未检出	-
10	退浆剂	未检出	-
11	柔滑整理剂	未检出	-
12	荧光增白剂1#	未检出	-
13	荧光增白剂2#	未检出	-
14	片状柔软剂	未检出	-

序号	样品名称	检出物	测定值/ (mg/kg)
15	精炼粉	未检出	-

## 7 协同验证试验

通过南京海关工业产品检测中心、广州海关技术中心、深圳市计量质量检测研究院 3 家单位进行阴性样品加标回收的验证试验，对本方法进行协同验证。3 家实验室的验证结果见表 7。

验证样品为固色剂（液体），片状柔软剂（固体），硬挺剂（乳液）3 种类型的硫脲阴性样品，3 家实验室按本文件方法进行 3 个浓度水平（50 mg/kg、500 mg/kg 和 1000 mg/kg）的加标回收验证试验（自由度  $n \geq 6$ ），各浓度的加标回收率结果均处于 90%~110% 的范围内，同一基质下相同浓度的加标回收率 RSD 值均不大于 7.5%。3 家实验室在 3 个浓度水平的加标回收试验结果都比较一致，表明本方法的具有选择性好、准确可靠的特点。

3 家实验室的验证报告详见附件：

附件一：南京海关工业产品检测中心 验证报告

附件二：广州海关技术中心 验证报告

附件三：深圳市计量质量检测研究院 验证报告

表 7 实验室协同验证结果

硫脲添加量 (mg/kg)	样品基质	硫脲检测结果 (mg/kg)						平均回收率 (%)	RSD (%)
		南京海关工业产品检测中心		广州海关技术中心		深圳市计量质量检测研究院			
50	固色剂	46	48	43	45	46	49	92	4.3
	片状柔软剂	47	48	48	54	44	48	96	6.5
500	片状柔软剂	487	491	488	494	481	489	98	0.9
	硬挺剂	493	489	488	492	490	494	98	0.5
1000	硬挺剂	982	973	974	978	996	990	98	0.9
	固色剂	986	981	986	982	981	977	98	0.3

## 8 标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

标准起草人在接受标准起草任务时就曾对相关内容进行专利检索，未发现标准内容涉及专利和知识产权。另在标准起草过程征求意见（邮件、网络）未发现，也无任何单位或个人反映标准内容涉及专利和知识产权。至报批时未发现标准内容涉及专利和知识产权。

## 9 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

国家对各行业产品的质量、安全、环保越来越重视，纺织染整助剂涉及生产、使用、运输、贮存等各个环节的安全性也同样越来越受到关注。在纺织染整行业中硫脲常被用作交联剂、漂白剂和抗氧化剂，也可以用于匀染剂、洗涤、分散和乳化剂等。因此，制定标准对纺织染整助剂产品中硫脲的测定方法进行统一和规范，可以更有效更安全地组织生产、贸易及其使用，有利于行业内的技术交流和沟通，对于加强产品的质量控制、行业技术交流和产业化推广具有非常重要的意义，可切实促进行业技术水平的整体提高，保护人类健康和环境安全，推动我国纺织染整助剂行业的健康发展。

## 10 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与我国现行相关的法律、法规、规章等保持协调一致，没有冲突。

## 11 标准性质的建议说明

建议本文件为推荐性化工行业标准。

## 12 贯彻标准的要求和措施建议

建议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负责解释、组织宣贯。

## 13 废止现行相关标准的建议

本标准为首次制定，无废止其他相关标准建议意见。

## 14 其它应予说明的事项

无。

## 15 主要参考文献



- [1] Mertschenk B, Beck F, Bauer W. Thiourea and Thiourea Derivatives[J / OL]. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2000.  
[https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/14356007.a26\\_803](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/14356007.a26_803).
- [2] 王孝镭, 王国建, 侯建敏. 分光光度法测定二氧化硫脲中的硫脲[J]. 化学世界, 1996, 37(2): 101-103.
- [3] 中华人民共和国烟草行业标准. YC/T 441-2012《烟用添加剂禁用成分 硫脲的测定 高效液相色谱法》. 国家烟草专卖局, 2012.
- [4] 食品补充检验方法. BJS 201602《小麦粉中硫脲的测定》. 国家市场监督管理总局, 2016 年第 196 号.
- [5] 王邱, 何海彤, 李锦清, 等. 高效液相色谱法对小麦粉及其制品中硫脲的测定[J]. 粮油食品科技, 2022, 30 (6): 130-137.

附件一：南京海关工业产品检测中心 验证报告

验证报告

项目名称	纺织染整助剂产品中硫脲的测定
委托单位	深圳天祥技术质量服务有限公司广州分公司
验证单位	南京海关工业产品检测中心 320003 检测报告专用章
验证样品	固色剂（液体），片状柔软剂（固体），硬挺剂（液体）
验证方法	依据《纺织染整助剂产品中硫脲的测定》（征求意见稿）
验证日期	2024.5.24

验证试验结果

硫脲添加量 (mg/kg)	样品基质	硫脲检测结果 (mg/kg)		平均值 (mg/kg)
		平行 1	平行 2	
50	固色剂	46	48	47
	片状柔软剂	47	48	48
500	片状柔软剂	487	491	489
	硬挺剂	493	489	491
1000	硬挺剂	982	973	978
	固色剂	986	981	984

注：由委托单位提供验证样品（样品本底不含被测物质，按目标含量添加计算体积的 1000 mg/L 标准溶液至样品中，混匀后放置 24 小时以上）。

验证单位（盖章）：  
验证人（签字）：  
日期：2024.5.24

验证报告

项目名称	纺织染整助剂产品中硫脲的测定
委托单位	深圳天祥技术质量服务有限公司广州分公司
验证单位	广州海关技术中心
验证样品	固色剂（液体），片状柔软剂（固体），硬挺剂（液体）
验证方法	依据《纺织染整助剂产品中硫脲的测定》（征求意见稿）
验证日期	2024-5-27

验证试验结果

硫脲添加量 (mg/kg)	样品基质	硫脲检测结果 (mg/kg)		平均值 (mg/kg)
		平行 1	平行 2	
50	固色剂	43	45	44
	片状柔软剂	48	54	51
500	片状柔软剂	488	494	491
	硬挺剂	488	492	490
1000	硬挺剂	974	978	976
	固色剂	986	982	984

注：由委托单位提供验证样品（样品本底不含被测物质，按目标含量添加计算体积的 1000 mg/L 标准溶液至样品中，混匀后放置 24 小时以上）。

验证单位 (盖章):  
验证人 (签字): (06)  
日期: 2024-5-27

验证报告

项目名称	纺织染整助剂产品中硫脲的测定
委托单位	深圳天祥技术质量服务有限公司广州分公司
验证单位	深圳市计量质量检测研究院
验证样品	固色剂（液体），片状柔软剂（固体），硬挺剂（液体）
验证方法	依据《纺织染整助剂产品中硫脲的测定》（征求意见稿）
验证日期	2024.5.21-2024.5.31

验证试验结果

硫脲添加量 (mg/kg)	样品基质	硫脲检测结果 (mg/kg)		平均值 (mg/kg)
		平行 1	平行 2	
50	固色剂	46	49	48
	片状柔软剂	44	48	46
500	片状柔软剂	481	489	485
	硬挺剂	490	494	492
1000	硬挺剂	996	990	993
	固色剂	981	977	979

注：由委托单位提供验证样品（样品本底不含被测物质，按目标含量添加计算体积的1000mg/L 标准溶液至样品中，混匀后放置 24 小时以上）。

