

ICS 71. 100. 40
G 70
备案号:38679—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4445—2012

纺织染整助剂 富马酸二甲酯的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—Determination of dimethyl fumarate

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》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：浙江传化股份有限公司、北京出入境检验检疫局、宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：唐晓萍、张驰、赵婷、吴彬、申屠鲜艳、傅科杰、杨力生。

纺织染整助剂 富马酸二甲酯的测定

警告——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，并保证国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用气相色谱/质谱法测定纺织染整助剂产品中富马酸二甲酯的方法。

本标准适用于纺织染整助剂产品中富马酸二甲酯的含量测定。

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，仅所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

以乙酸乙酯为溶剂，采用超声波萃取器提取纺织染整助剂产品中的富马酸二甲酯，提取液用气相色谱-质谱仪进行定性、定量分析，用外标法测定提取液中富马酸二甲酯含量。

4 试剂和材料

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂。

4.1 乙酸乙酯，经 5 A 分子筛脱水处理；

4.2 富马酸二甲酯标准品，纯度 $\geqslant 96\%$ ；

4.3 针式薄膜过滤头（聚四氟乙烯）， $0.45 \mu\text{m}$ ；

4.4 标准储备溶液：准确称取适量的富马酸二甲酯标准品（4.2），用乙酸乙酯（4.1）配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液；

注：标准储备溶液在 $0^\circ\text{C} \sim 4^\circ\text{C}$ 冰箱中保存有效期为 6 个月。

4.5 标准工作溶液：移取浓度为 1 mg/mL 的富马酸二甲酯标准储备溶液（4.4）适量体积，用乙酸乙酯稀释，配制成所需浓度的标准工作溶液；

注：工作溶液在 $0^\circ\text{C} \sim 4^\circ\text{C}$ 冰箱中保存有效期为 1 个月。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱/质谱联用仪（GC-MS），带 EI 源。

5.2 超声波水浴器，频率 40 kHz ，功率为 400 W 。

5.3 电子天平，感量 0.0001 g 。

5.4 具塞提取器， 100 mL 。

5.5 离心机，转速 5000 r/min 以上。

6 分析步骤

6.1 提取

称取纺织染整助剂试样约 1 g （精确至 0.001 g ），置于提取器（5.4）中，往提取器中准确加入 10.0 mL 乙酸乙酯（4.1），摇匀，置于超声波水浴器（5.2）中常温萃取 30 min ，保证萃取完全。用