

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

## 纺织染整助剂 总有机碳的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries - Determination of total organic carbon

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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/TC 134/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 纺织染整助剂 总有机碳的测定

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

本文件规定了纺织染整助剂中总有机碳含量的测定方法。

本文件适用于水溶性、水分散液均一稳定的纺织染整助剂中总有机碳的测定。

## 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

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**总碳** total carbon; TC

碳元素的总称，包括有机态碳和无机态碳。

### 3.2

**总无机碳** total inorganic carbon; TIC

无机态碳元素的总称，包括二氧化碳、碳酸盐和碳酸氢盐形式存在的碳元素。

### 3.3

**总有机碳** total organic carbon; TOC

有机态形式存在的碳元素的总称。

## 4 原理

### 4.1 差减法测定总有机碳

样品经过高温燃烧或酸化处理，将不同形态的碳转化为二氧化碳，二氧化碳的含量同样品中的碳含量成正比，生成的二氧化碳经过非色散红外气体检测器即可定量计算含碳量。

本文件使用差减法测定样品中总有机碳含量，其中总有机碳含量=总碳含量-总无机碳含量。

### 4.2 总碳测定

样品送入高温燃烧室，在高温催化条件下充分燃烧氧化，碳元素全部转化为二氧化碳，并由载气引入非色散红外气体检测器。由于一定波长的红外线可以被二氧化碳选择吸收，在一定含量范围内二氧化碳对红外线的吸收强度与二氧化碳的含量成正比关系，因此可以测定二氧化碳的含量，进而计算样品的碳含量，即总碳含量。

### 4.3 总无机碳测定

加入一定量的酸将样品酸化，其中无机态碳酸化后转化为二氧化碳，并由载气引入非色散红外气体检测器。由于一定波长的红外线可以被二氧化碳选择吸收，在一定含量范围内二氧化碳对红外线的吸收强度与二氧化碳的含量成正比关系，因此可以测定二氧化碳的含量，进而计算样品的碳含量，即总无机碳含量。

## 5 试剂或材料

除非另有规定外，仅使用确认为分析纯的试剂和符合本文件5.1规定的实验用水。

5.1 实验用水：符合 GB/T 6682 中规定的三级水，现制现用，且总有机碳浓度不超过 0.5 mg/L。

5.2 邻苯二甲酸氢钾：优级纯。

5.3 碳酸氢钠：优级纯。

5.4 无水碳酸钠：优级纯。

5.5 磷酸。

5.6 硫酸钠。

5.7 总碳标准储备溶液，1 000 mg/L（以碳计）：将邻苯二甲酸氢钾（5.2）预先在 105℃干燥 2 h，干燥器内降至室温。准确称取干燥好的邻苯二甲酸氢钾 2.125 4 g 置于烧杯中，加水溶解，转移溶液于 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

注：总碳标准储备溶液在 0℃~4℃保存，有效期为 2 个月。

5.8 总碳标准工作溶液，100 mg/L（以碳计）：准确移取 25.00 mL 总碳标准储备溶液（5.7）于 250 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

注：总有机碳标准工作溶液在 0℃~4℃保存，有效期为 7 天。

5.9 总无机碳标准储备溶液，1 000 mg/L（以碳计）：将碳酸氢钠（5.3）预先在干燥器内干燥；无水碳酸钠（5.4）预先在 105℃干燥 2 h，干燥器内降至室温。准确称量干燥好的碳酸氢钠 3.497 2 g、无水碳酸钠 4.412 2 g 置于烧杯中，加水溶解，转移溶液于 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

注：总无机碳标准储备溶液在 0℃~4℃保存，有效期为 2 个月。

5.10 总无机碳标准工作溶液，100 mg/L（以碳计）：准确移取 25.00 mL 总无机碳标准储备溶液（5.9）于 250 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

注：总无机碳标准工作溶液在 0℃~4℃保存，有效期为 7 天。

5.11 总无机碳反应液：在 250 mL 容量瓶内先加入 150 mL 左右的水，移取磷酸（5.5）50.0 mL，缓慢加入容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

注：根据设备不同，总无机碳反应液所用酸的种类会有变化。

## 6 仪器设备

6.1 总有机碳自动分析仪。

6.2 电子天平：感量为 0.000 1 g。

## 7 试验步骤

### 7.1 设备调试

总有机碳自动分析仪根据设备不同，载气和氧化燃烧温度各有差异，应根据设备说明书设定参数，进行调试，确保总无机碳反应液（5.11）充足。

## 7.2 标准工作曲线的绘制

分别加入0.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、80.00 mL、100.00 mL的总碳标准储备溶液（5.7）、总碳标准工作溶液（5.8）、总无机碳标准工作溶液（5.10）于6个100.0 mL的容量瓶中，用水稀释至刻度线，混匀，配制成总碳含量为0.0 mg/L、100.0 mg/L、200.0 mg/L、400.0 mg/L、800.0 mg/L、1000.0 mg/L，总碳含量为0.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L、100.0 mg/L，总无机碳含量为0.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L、100.0 mg/L的标准系列溶液。将以上3组标准系列溶液注入总有机碳自动分析仪，以二氧化碳响应值为纵坐标，以总碳或总无机碳浓度为横坐标制作标准工作曲线。分别绘制总碳（0.0~1000.0 mg/L、0.0~100.0 mg/L）和总无机碳（0.0~100.0 mg/L）的标准工作曲线。

上述标准工作曲线浓度范围可根据仪器和测定样品种类的不同进行调整。

## 7.3 试样制备

称取1.0 g试样（精确至0.000 1 g），置于烧杯中，加水溶解，转移溶液于1 000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。其中增稠剂类助剂充分溶胀后，添加1.0 g硫酸钠（5.6）增加样品流动性；软片类助剂，应按照软片化料方法（见附录A）进行化料稀释后测定，稀释倍数记作 $k$ 。

## 7.4 测定

将制备好的试样溶液根据设备说明书要求，取足量体积注入总有机碳自动分析仪中，根据数据响应值选择合适的标准曲线，读取相应的总碳和总无机碳测定结果。

## 7.5 试验用水测定

用实验用水（5.1）替代试样，按照7.4规定进行测定。每次试验应先检测水的总有机碳含量，测定值应不超过0.5 mg/L。

## 8 试验数据处理

### 8.1 结果计算

试样中总有机碳以其质量分数 $X$ 计，按式（1）计算：

$$X = \frac{(c_{TC} - c_{TIC}) \times V}{m} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c_{TC}$ ——试样溶液中总碳含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）；  
 $c_{TIC}$ ——试样中总无机碳含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）；  
 $V$ ——定容体积的数值，单位为升（L）；  
 $m$ ——试样质量的数值，单位为毫克（mg）；  
 $k$ ——软片类助剂的稀释倍数。

### 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4.3.3修约值比较法修约至小数点后两位。

## 9 测定低限、回收率和精密度

### 9.1 测定低限

本方法的测定低限为0.14 %。

## 9.2 回收率

本方法对总有机碳的回收率为91 %~107 %。

注：加标回收试验标准物质默认使用邻苯二甲酸氢钾，对于PU类助剂，加标回收试验标准物质使用尿素。

## 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10%的情况不超过5%为前提。

## 10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 样品的描述（生产厂家，批号，型号和样品状态）；
- b) 本标准的编号；
- c) 采用的测试方法；
- d) 测试结果；
- e) 任何偏离本文件的细节；
- f) 试验日期。

附 录 A  
(资料性)  
软片化料方法

A.1 软片化料方法

建议化料比例为1:10~1:20,也可根据实际需要调整配制浓度,稀释倍数记作 $k$ 。

按比例先放入三分之二水,再将软片慢慢加入水中并搅拌,搅拌浸泡5 min~10 min后,边搅拌边加热至70 °C,保温搅拌约60 min,然后再加三分之一水,继续搅拌降温至40 °C以下,方可停止搅拌以免结皮,乳液制成后待用。

---