



中华人民共和国国家标准

GB/T 35830—2018

洗涤剂 三氯生含量的测定

Cleaning products—Determination of triclosan

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会(SAC/TC 272)归口。

本标准起草单位:中国日用化学工业研究院[国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)]、深圳市芭格美生物科技有限公司、涪陵出入境检验检疫局、西安开米股份有限公司、山西省能源产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人:吴杰、李红玉、李倩、于文、姚晨之。

洗涤用品 三氯生含量的测定

1 范围

本标准规定了洗涤用品中三氯生含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于洗涤用品中三氯生含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经流动相溶解,超声波提取,提取液经过滤后,以配置紫外检测器或二极管阵列检测器的高效液相色谱仪测定。根据被测组分的保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的二级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 三氯生(Triclosan,CAS:3380-34-5,分子式: $C_{12}H_7Cl_3O_2$):纯度大于或等于 99%。

4.3 三氯生储备溶液:精密准确称取 100 mg 三氯生(4.2),以甲醇溶解并定容至 100 mL,配制成浓度为 1 000 mg/L 的储备液,4 ℃冰箱中保存,根据需要配制适当浓度的标液制作标准曲线。

4.4 滤膜:有机系,0.45 μm。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列或紫外检测器。

5.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3 超声波清洗仪。

5.4 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

6 测定

6.1 试样制备

称取液体或膏状样品 0.5 g(固体类样品 0.2 g)(精确至 1 mg),置于 25 mL 容量瓶中,加入 15 mL 流动相,超声提取 20 min,用流动相稀释至刻度,混匀。若溶液呈浑浊,则将定容后的提取液转移至离心管,以 4 000 r/min 离心 10 min,取离心后上清液经滤膜(4.4)过滤,所得滤液供高效液相色谱测定。

6.2 高效液相色谱测定

6.2.1 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

a) 色谱柱： C_{18} 硅胶键合相柱，填料粒径 $5\ \mu\text{m}$ ，色谱柱尺寸 $250\ \text{mm} \times 4.6\ \text{mm}$ (内径) 或性能相当者；

注：不同批号、规格的 C_{18} 色谱柱对三氯生组分有不同的保留时间，为保证合适的样品洗脱时间可以调整流动相中甲醇和水的比例。

b) 流动相：甲醇+水 (77+23，质量比)；

c) 流速： $1.0\ \text{mL/min}$ ；

d) 检测波长： $281\ \text{nm}$ ；

e) 进样量： $10\ \mu\text{L}$ 或相当进样量；

f) 柱温：室温。

6.2.2 标准曲线的绘制

移取三氯生储备溶液 (4.3) 配制成浓度分别为 $1.0\ \text{mg/L}$ 、 $2.0\ \text{mg/L}$ 、 $5.0\ \text{mg/L}$ 、 $10.0\ \text{mg/L}$ 、 $50.0\ \text{mg/L}$ 的工作溶液。按色谱条件 (6.2.1) 测定，以峰面积为纵坐标，三氯生工作溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线，采用保留时间定性，外标法定量。在 6.2.1 条件下的三氯生色谱图参见附录 A 中图 A.1。

6.2.3 试样测定

在 6.2.1 的色谱条件下，定量将 $10\ \mu\text{L}$ 样品溶液 (6.1) 注入于色谱仪进行测定，记录保留时间和峰面积。如果样品溶液的浓度较高，可用甲醇稀释后进样。

6.2.4 计算

样品中三氯生的含量 (w) 以质量分数 (%) 表示，按式 (1) 计算：

$$w = \frac{c \times V}{m \times 10\ 000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——从标准曲线上得到的样品溶液中三氯生的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V ——样品溶液总定容体积，单位为毫升 (mL)；

m ——样品的质量，单位为克 (g)。

计算结果保留两位有效数字。

7 回收率和定量下限

三氯生含量在 $10\ \text{mg/kg}$ ~ $172\ \text{mg/kg}$ 范围内，回收率范围 90.2% ~ 112.4% 。

若称取 $0.5\ \text{g}$ 样品，方法的检出限为 $2.5\ \text{mg/kg}$ ，定量下限为 $10\ \text{mg/kg}$ 。

8 精密度

在重复性条件下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% 情况不超过 5% 为前提。

附 录 A
(资料性附录)
三氯生标准物质色谱图

三氯生标准物质色谱图见图 A.1。

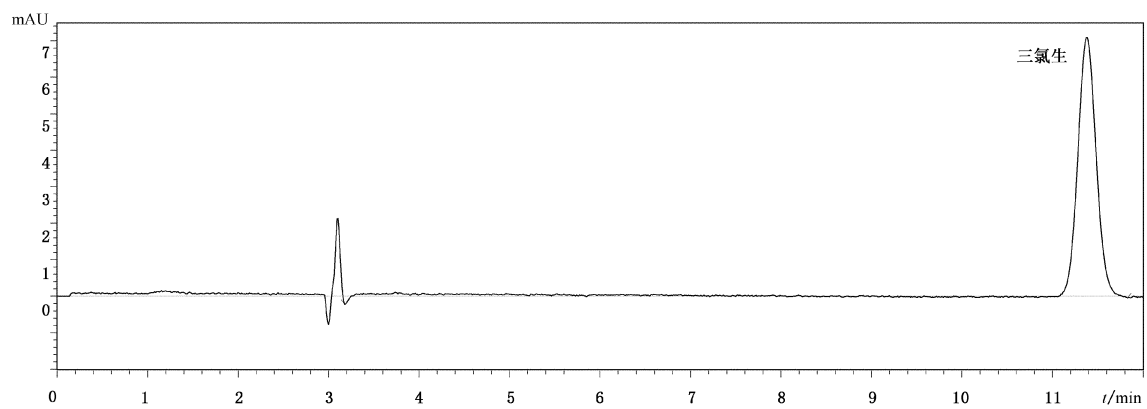


图 A.1 三氯生标准溶液色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
洗 涤 用 品 三 氯 生 含 量 的 测 定

GB/T 35830—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2018年2月第一版 2018年2月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-59415 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



GB/T 35830—2018