

ICS 71.100.40
G 72



中华人民共和国国家标准

GB/T 28193—2011

GB/T 28193—2011

表面活性剂中氯乙酸(盐)残留量的测定

Determination of chloroacetic acid (chloroacetate) contents in surfactants

中华人民共和国
国家标准
表面活性剂中氯乙酸(盐)残留量的测定
GB/T 28193—2011

*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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 1 字数 19 千字
2012年5月第一版 2012年5月第一次印刷

*
书号: 155066·1-44731 定价 18.00 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 28193-2011

2011-12-30 发布

2012-09-01 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、广州星业科技发展有限公司、浙江赞宇科技股份有限公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心。

本标准主要起草人:冯瑜、叶建中、黄亚茹、姚晨之、成晓静、许林寿、夏雄燕、关景才、雷小英。

附 录 A
(规范性附录)
甜菜碱样品前处理方法

A.1 原理

应用强酸性阳离子交换树脂将样品中干扰测定的组分除去。

A.2 试剂

- A.2.1 水,符合 GB/T 6682 中一级水的要求。
 A.2.2 强酸性阳离子交换树脂(GB/T 13659),氢型,0.3 mm~1.00 mm,001×7 型。
 A.2.3 盐酸,分析纯,4 mol/L 溶液。
 A.2.4 广泛 pH 试纸。
 A.2.5 乙腈溶液,10%(体积分数),移取液相色谱专用乙腈 20 mL 与 180 mL 水(A.2.1),混合均匀。

A.3 仪器

- A.3.1 容量瓶,100 mL。
 A.3.2 烧杯,200 mL。
 A.3.3 玻璃分析柱,长约 20 cm,外径 2.5 cm,下端收缩带有旋塞或带弹簧夹的橡皮管。

A.4 操作步骤

- A.4.1 将阳离子交换树脂(A.2.2)用 3 倍体积的盐酸溶液(A.2.3)浸泡过夜,用水以倾泻法洗涤 3 次。再用 3 倍体积的盐酸溶液(A.2.3)浸泡并搅拌 10 min,用水以倾泻法洗涤 3 次。然后倒入柱中,用水洗涤至中性[用广泛 pH 试纸(A.2.4)测定,pH≈7],放好备用。
 A.4.2 在玻璃分析柱下端收缩部分装入少量玻璃棉,将处理好的强酸性阳离子交换树脂装入玻璃分析柱中,高度约 15 cm。设法除去柱中的气泡,先用水(A.2.1)洗涤至中性[用广泛 pH 试纸(A.2.4)测定,pH≈7],再用 100 mL 乙腈溶液(A.2.5)洗涤。
 A.4.3 用 200 mL 的烧杯称量甜菜碱样品约 5 g(精确到 0.000 1 g),加入约 40 mL 乙腈溶液(A.2.5),搅拌溶解。
 A.4.4 将样品溶液倒入离子交换柱中,控制流出速度为 1 滴/s,流出液直接接入 100 mL 容量瓶中。用适量乙腈溶液(A.2.5)洗涤烧杯,洗涤液加入离子交换柱中,再继续加入乙腈溶液(A.2.5),直至流出液达到容量瓶刻度停止,摇匀。用 0.2 μm 样品过滤头过滤该样品溶液后,注射 20 μL,进行色谱分析。

表面活性剂中氯乙酸(盐)残留量的测定

1 范围

本标准规定了使用液相色谱测定表面活性剂中一氯乙酸(盐)和二氯乙酸(盐)残留量的方法。

本标准适用于以一氯乙酸或一氯乙酸钠为原料生产的表面活性剂,如:醇酚醚羧酸盐、十一烷基咪唑啉羧酸盐、脂肪烷基二甲基甜菜碱、脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱等产品中残留一氯乙酸(盐)和二氯乙酸(盐)含量的测定。当样品中一氯乙酸(盐)和二氯乙酸(盐)含量超过标准工作曲线范围时,需要增加标准溶液的浓度或将样品稀释或减量测定。

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
 GB/T 13659 强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂

3 液相色谱法

3.1 原理

使用反相 C₈ 柱子,以 10% 的乙腈水溶液(每 1 000 mL 中加入 2.0 mL 正磷酸)为流动相,紫外检测器或二极管阵列检测器,在波长 214 nm 处检测产品中残留的一氯乙酸(盐)和二氯乙酸(盐)。

3.2 试剂

- 3.2.1 水,符合 GB/T 6682 中一级水的要求。
 3.2.2 一氯乙酸,分析纯,含量不低于 99%。
 3.2.3 二氯乙酸,分析纯,含量不低于 99%。
 3.2.4 乙腈,液相色谱专用。
 3.2.5 正磷酸,分析纯。
 3.2.6 盐酸溶液,1+1(体积分数),取分析纯的盐酸 10 mL 与水(3.2.1)10 mL 混合摇匀。

3.3 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

- 3.3.1 液相色谱仪:带有数据处理系统,配备紫外检测器或者二极管阵列检测器,检测器的基线噪音在 254 nm 处不大于 2×10^{-5} AU/s(空池);基线漂移在 254 nm 处不大于 1×10^{-3} AU/h(空池、稳定 60 min)。
 3.3.2 液相色谱柱:C₈ 硅胶键合液相色谱柱,250 mm×4.6 mm(内径),固定相粒径 5 μm,或相当者,适用 pH 值范围为 1~8。
 3.3.3 微量注射器,25 μL。
 3.3.4 分析天平,感量 0.1 mg。