



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 34856—2017

## 洗涤用品 三氯卡班含量的测定

Cleaning products—Determination of triclocarban

2017-11-01 发布

2018-05-01 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)]、北京洛娃日化有限公司、宁波翔神生化有限公司、西安开米股份有限公司、深圳市妍倩科技有限公司、苏州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:余雯静、吴新、赵建利、陈雷光、陈少波、姚晨之、蔡剑波。

## 洗涤用品 三氯卡班含量的测定

### 1 范围

本标准规定了洗涤用品中三氯卡班含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于香皂、洗手液、沐浴剂等洗涤用品中三氯卡班含量的测定。

### 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 方法原理

试样用甲醇超声提取,以反相高效液相色谱分离,采用紫外检测器检测,保留时间定性,标准曲线外标法定量。

### 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 规定的三级水。

#### 4.1 甲醇。

4.2 三氯卡班(Triclocarban, CAS 号:101-20-2,分子式: $C_{13}H_9Cl_3N_2O$ ),纯度大于或等于 98%。

4.3 三氯卡班储备溶液,准确称取 100 mg 三氯卡班(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,根据需要配制适当的浓度,制作标准曲线。

4.4 针头滤膜,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 4 000 r/min。

### 6 测定

#### 6.1 试样制备

称取 0.5 g~1.0 g 样品(称准至 0.001 g),置于 25 mL 容量瓶中,加入 15 mL 甲醇,超声提取 25 min,放冷后用甲醇定容至 25 mL,混匀,转移至离心管,采用转速约 4 000 r/min 离心 5 min,上清液用针头滤膜(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 1：不同批号、规格的  $C_{18}$  色谱柱对三氯卡班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(70+30, 体积比)。

注 2：此甲醇和水的比例适合于采用 ZORBAX SB-Aq $C_{18}$  色谱柱。

- c) 流速： $1.0\ \text{mL}/\text{min}$ 。

- d) 检测波长： $264\ \text{nm}$ 。

- 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

移取三氯卡班储备溶液(4.3)配制成浓度分别为  $1\ \text{mg}/\text{L}$ 、 $2\ \text{mg}/\text{L}$ 、 $5\ \text{mg}/\text{L}$ 、 $10\ \text{mg}/\text{L}$ 、 $50\ \text{mg}/\text{L}$  的工作溶液。按色谱条件(6.2.1)测定，以峰面积为纵坐标，三氯卡班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 条件下的三氯卡班色谱图参见图 A.1。

### 6.2.3 试样测定

在标准曲线制作相同的色谱条件下，定量将  $10\ \mu\text{L}$  试样溶液(6.1)注入色谱仪进行测定，记录保留时间和峰面积。如果试样溶液的浓度较高，可用甲醇稀释后进样。

### 6.2.4 计算

样品中的三氯卡班含量以毫克每千克( $\text{mg}/\text{kg}$ )表示，按式(1)计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1\ 000}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$  ——从标准曲线上得到的样品溶液中三氯卡班的浓度，单位为毫克每升( $\text{mg}/\text{L}$ )；

$V$  ——试样溶液总定容体积，单位为升(L)；

$m$  ——试样的质量，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

三氯卡班含量在  $10\ \text{mg}/\text{kg} \sim 2\ 000\ \text{mg}/\text{kg}$  范围内，回收率范围  $90\% \sim 100\%$ ，相对标准偏差小于  $5\%$ 。若称取  $0.5\ \text{g}$  样品，方法的检出限为  $4\ \text{mg}/\text{kg}$ ，定量下限为  $15\ \text{mg}/\text{kg}$ 。

## 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)  
三氯卡班标准物质色谱图

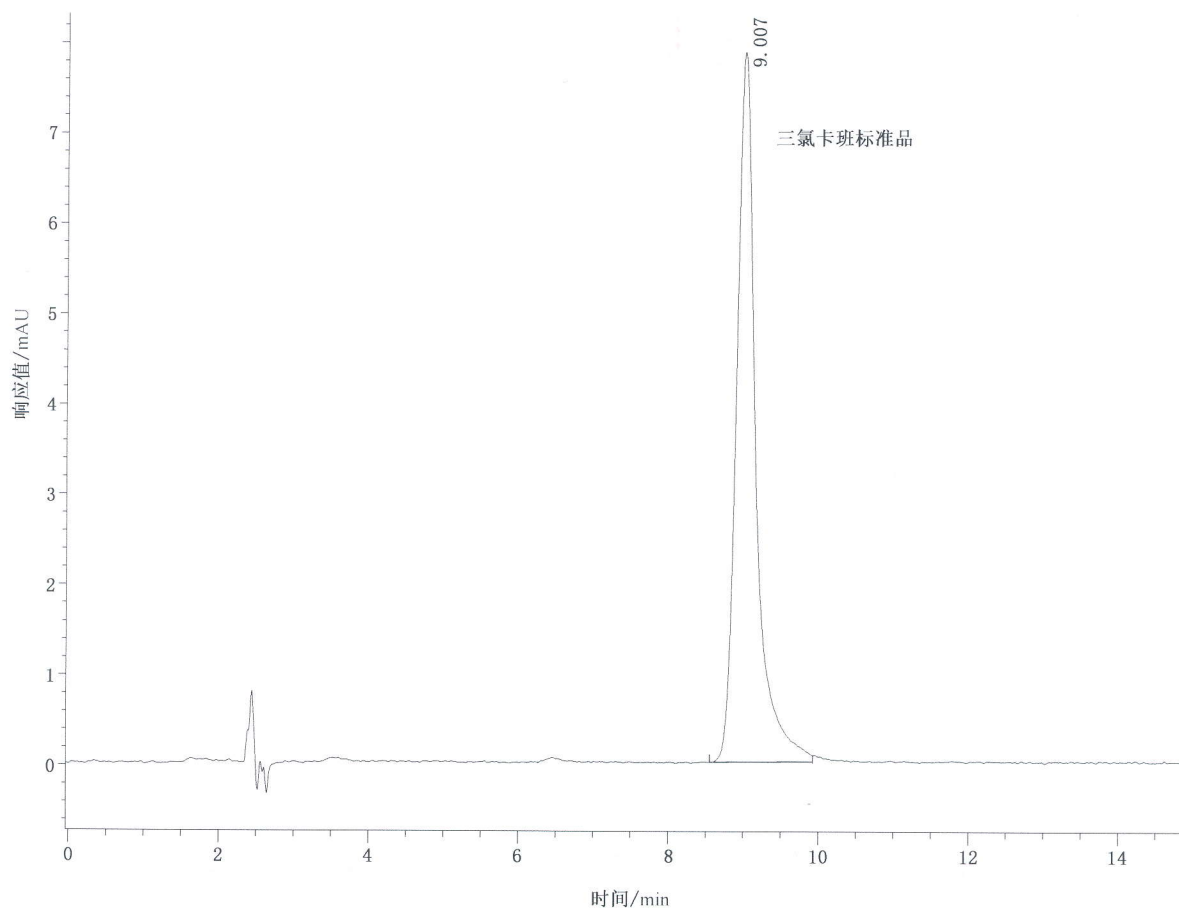


图 A.1 三氯卡班标准溶液色谱图