



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3111—2012

空气清新剂中三氯羟基二苯醚的测定 高效液相色谱法

Determination of triclosan in air freshening preparations—
High performance liquid chromatography

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：周明辉、李全忠、苏建晖、刘莹峰、岳大磊、王云玉、黎华亮、李丹、郑建国、翟翠萍。

空气清新剂中三氯羟基二苯醚的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了空气清新剂中三氯羟基二苯醚的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于喷雾型空气清新剂中三氯羟基二苯醚的测定。

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 方法提要

采用甲醇提取空气清新剂中的三氯羟基二苯醚,提取液经过滤后用高效液相色谱法测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 三氯羟基二苯醚标准品:纯度大于 99.0%(CAS 号:108-78-01)。

4.3 三氯羟基二苯醚标准储备液:准确称取 100 mg(精确至 0.1 mg)三氯羟基二苯醚标准品(4.2)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)溶解并定容至刻度,配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液。

4.4 滤膜:0.45 μm ,有机相。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 超声波清洗器。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 低温冰箱: -30 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 锥形瓶:具塞,50 mL。

6 分析步骤

6.1 试样处理

将整罐空气清新剂置于 -30 $^{\circ}\text{C}$ 低温箱中放置 8 h 取出,用毛巾包裹后置于通风橱中,用锤子将钉

子小心钉入罐体顶部,在罐的顶部开两个约 0.2 mm 的小孔,在常温下放置 2 h 让抛射剂缓慢挥发掉,再用钉子将孔扩大至 5 mm,倒出空气清新剂样品。

准确称取 2.5 g 样品(精确至 0.001 g)于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 甲醇(4.1),在超声波清洗器中超声提取 10 min,将提取液移入 25 mL 容量瓶,用甲醇(4.1)定容至刻度。经 0.45 μm 滤膜过滤后供高效液相色谱测定。

空白样品制备:除不加样品外,其他步骤同上。

6.2 样品测定

6.2.1 高效液相色谱测定条件

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, 250 mm × 4.6 mm(i. d.), 粒径 5 μm, 或性能相当者;
- b) 色谱柱温度: 25 ℃;
- c) 流动相: 甲醇+水(80+20, 体积比);
- d) 流速: 0.8 mL/min;
- e) 检测波长: 280 nm;
- f) 进样量: 20 μL。

上述液相色谱操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器的特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

6.2.2 标准工作曲线绘制

分别移取适量的三氯羟基二苯醚标准储备液(4.3),用甲醇(4.1)逐级稀释,配制成浓度分别为 1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、100 mg/L 的三氯羟基二苯醚标准工作溶液系列。在 6.2.1 所列仪器参数下检测,待仪器稳定后,取标准工作溶液平行进样两次,浓度由低到高进样检测。以三氯羟基二苯醚浓度为横坐标,以对应的峰面积平均值为纵坐标,绘制标准工作曲线。三氯羟基二苯醚标准品的参考色谱图参见图 A.1。

6.2.3 样品检测

按 6.2.1 所列仪器参数为检测条件,待仪器稳定后,将制备的空白样品和测试样品依次进样,扣除空白本底,记录三氯羟基二苯醚色谱峰的保留时间与峰面积,每个溶液平行进样两次,计算峰面积平均值。以保留时间和紫外光谱图与三氯羟基二苯醚标准品对照,判定三氯羟基二苯醚的存在与否。三氯羟基二苯醚标准品紫外光谱图参见图 A.2。若样液的响应值超过了标准工作曲线的最大响应值,则应将样液用甲醇稀释后重新进样检测。

7 结果计算

按式(1)计算样品中三氯羟基二苯醚的含量:

$$X = \frac{(A - A_0) \times c \times V \times N}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中三氯羟基二苯醚含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A —— 试样溶液中三氯羟基二苯醚的峰面积;

A₀ —— 空白液中三氯羟基二苯醚的峰面积;

c —— 标准工作溶液中三氯羟基二苯醚的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

N ——样液稀释倍数；

A_s ——标准工作溶液中三氯羟基二苯醚的峰面积；

m ——样品的质量，单位为克(g)。

取两次测定结果的平均值，结果保留三位有效数字。

8 测定低限

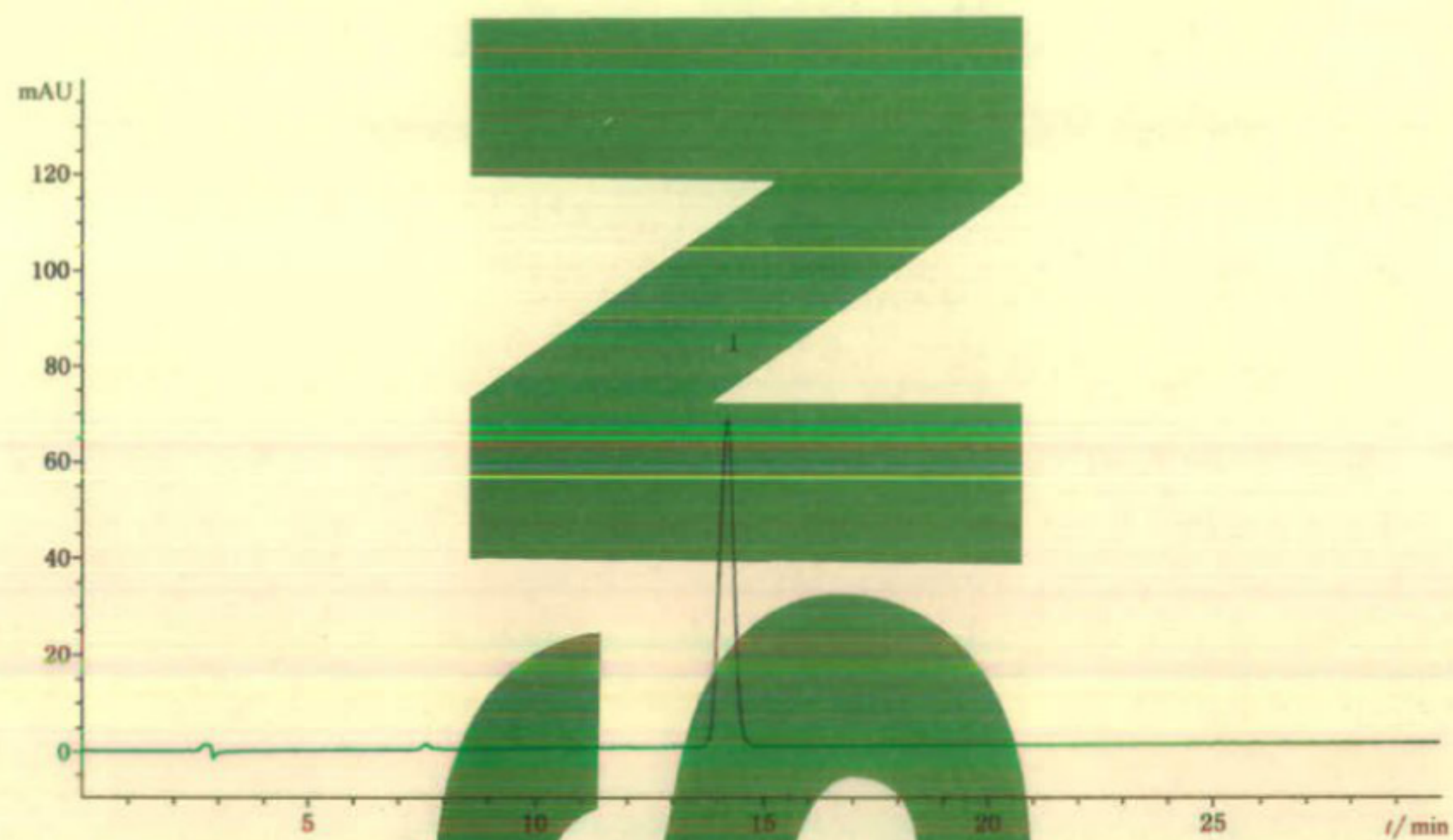
本方法三氯羟基二苯醚的测定低限为 10 mg/kg。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

附录 A
(资料性附录)

三氯羟基二苯醚标准品典型高效液相色谱图及紫外光谱图



说明:

1——三氯羟基二苯醚。

图 A.1 三氯羟基二苯醚标准品典型高效液相色谱图

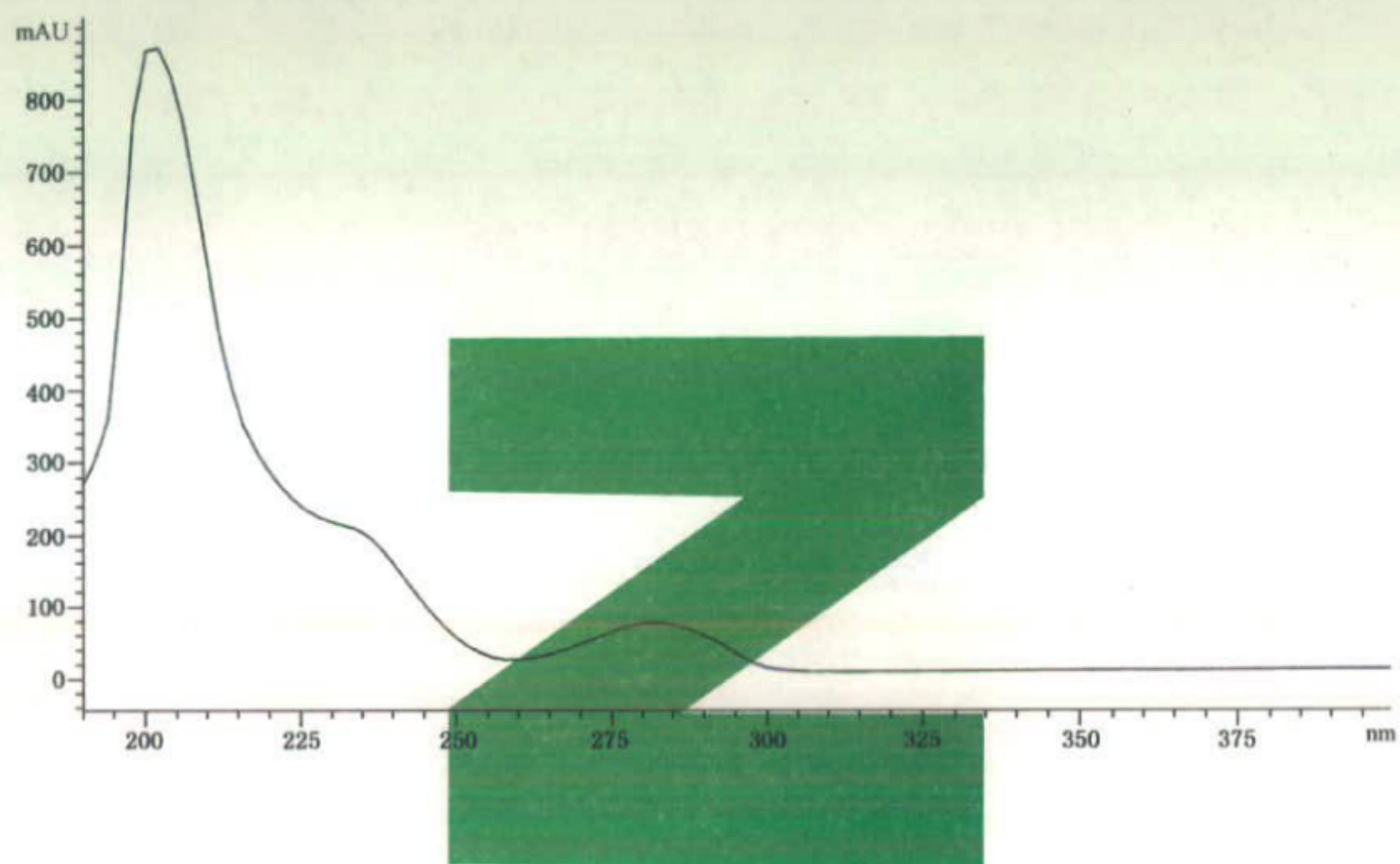


图 A.2 三氯羟基二苯酚标准品紫外光谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
空气清新剂中三氯羟基二苯醚的测定
高效液相色谱法
SN/T 3111—2012

中国标准出版社出版
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)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2012年10月第一版 2012年10月第一次印刷
印数 1—1 600

书号: 155066·2-24093 定价 16.00 元



SN/T 3111-2012