

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXX—XXXX

食品用洗涤剂中 3 种防腐剂的测定
高效液相色谱法

Determination of three preservatives in food detergents—High performance liquid chromatography

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品用洗涤消毒产品标准化技术委员会（SAC/TC395）归口。

本文件起草单位：河北省产品质量监督检验研究院、中国日用化学研究院有限公司、广州立白企业集团有限公司、厦门琥珀香精股份有限公司、深圳市妍倩科技有限公司、完美（广东）日用品有限公司、浙江传化日用品有限公司、广东迪美生物技术有限公司、中轻检验认证（太原）有限公司。

本文件主要起草人：耿晓红、蔡立鹏、刘金鹏、成晓静、陈玉娥、方喜燕、蔡剑波、刘小英、沈华丽、朱礼坪、李晓睿。

本文件为首次发布。

食品用洗涤剂中 3 种防腐剂的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了食品用洗涤剂中甲基氯异噻唑啉酮、甲基异噻唑啉酮和苯甲酸钠3种防腐剂的高效液相色谱测定方法，包括：原理、试剂和材料、仪器设备、样品处理、试验步骤、试验数据处理、精密度、检出限和定量限。

本文件适用于食品用洗涤剂中甲基氯异噻唑啉酮、甲基异噻唑啉酮和苯甲酸钠等3种防腐剂含量的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在洗涤剂中加入乙腈，经过旋转蒸发除去洗涤剂中的水分，从而降低表面活性剂在甲醇中的溶解度。蒸发残渣中的防腐剂，用甲醇超声提取，采用 C_{18} 色谱柱分离，以甲醇-甲酸铵水溶液为流动相，紫外检测器检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 乙腈。

5.2 无水甲醇。

5.3 甲酸铵。

5.4 甲酸铵溶液（0.02 mol/L）：称取 1.26 g 甲酸铵溶于约 900 mL 水中，用水定容至 1 L。

5.5 防腐剂标准品：经国家认证并授予标准物质证书的标准物质或已知浓度的高纯试剂，中英文名称、CAS 号、分子式及英文缩写见附录 A 中表 A.1。

5.6 标准储备液（1mg/mL）：分别称取各防腐剂标准品（5.5）10mg（精确至 0.1mg）于 10 mL 容量瓶中，用无水甲醇（5.2）定容至刻度，摇匀，于 4℃ 冰箱中保存。

5.7 混合标准溶液（100 mg/L）：准确移取各标准储备液 1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，用无水甲醇（5.2）定容至刻度，摇匀，于 4℃ 冰箱中保存。

5.8 混合标准中间溶液（10 mg/L）：准确吸取混合标准溶液 1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，用无水甲醇（5.2）定容至刻度，摇匀，于 4℃ 冰箱中保存。

5.9 混合标准使用液：分别准确吸取混合标准中间溶液 0.5 mL、1 mL、2 mL，混合标准溶液 0.5 mL、1 mL、2 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中，用无水甲醇（5.2）定容，此标准使用液的质量浓度为：0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L。

6 仪器与设备

6.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 电子天平：感量 0.001g 和 0.0001g。

6.3 快速混匀器。

6.4 离心机。

6.5 旋转蒸发仪。

6.6 超声波清洗器。

6.7 微孔滤膜：有机系，0.45μm。

7 样品处理

7.1 除水

准确称取洗涤剂样品 1 g（精确至 1 mg）于 50 mL 梨形瓶中，加入 10 mL 乙腈（5.1），用快速混匀器（6.3）充分涡旋溶解，于 50℃ 旋转蒸发至干（如有残留水分，可加入 5 mL 乙腈（5.1）重复旋转蒸发，直至蒸干为止），留下蒸发残渣。

7.2 提取

在残渣中准确加入 5 mL 无水甲醇（5.2），然后置于超声波清洗器中，洗脱瓶壁的残渣进行提取。取 1 mL 提取液过 0.45 μm 滤膜，进行高效液相色谱分析。如难过滤，可将提取液转移至 10 mL 离心管，于 8000 r/min 离心 5 min 后再过滤。

如试样溶液中防腐剂的浓度超出曲线范围，可适量增加无水甲醇的体积。

8 试验步骤

8.1 色谱参考条件

色谱的参考条件如下：

- 色谱柱： C_{18} 色谱柱，柱长 250 mm，柱内径 4.6 mm，粒度 5 μm，或同等性能的色谱柱；
- 流动相：无水甲醇（5.2）+0.02 mol/L 甲酸铵溶液（5.4）（洗脱程序见附录 A 中表 A.2）；
- 流速：1.0 mL/min；
- 柱温：30 ℃；
- 进样体积：10 μL；
- 检测波长：甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮为 277 nm，苯甲酸钠为 231 nm。

8.2 定量分析

在8.1仪器条件下，对混合标准使用液和试样溶液进行检测，分别以混合标准使用液中防腐剂的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。以保留时间定性，外标法定量。3种防腐剂的标准谱图见附录B中图B.1。

9 试验数据处理

洗涤剂中防腐剂含量 X 按式（1）计算：

$$X = \frac{\rho \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X ——洗涤剂中防腐剂的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ ——从标准工作曲线查出的试样溶液中防腐剂的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

计算结果保留三位有效数字。

10 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%的情况不超过5%为前提。

11 其他

本方法3种防腐剂的检出限均为1 mg/kg，定量限均为2.5mg/kg。

附录 A

(资料性)

3种防腐剂的基本信息与流动相洗脱程序

3种防腐剂的英文名称、分子式与CAS号见表A.1。

表 A.1 3种防腐剂的英文名称、分子式与 CAS 号

| 中文名称 | 英文名称 | 分子式 | 英文缩写 | CAS 号 |
|----------|-----------------------------|---------------|------|------------|
| 苯甲酸钠 | Sodium benzoate | $C_7H_5NaO_2$ | SB | 532-32-1 |
| 甲基氯异噻唑啉酮 | Methylchloroisothiazolinone | C_4H_4ClNOS | CMIT | 26172-55-4 |
| 甲基异噻唑啉酮 | Methylisothiazolinone | C_4H_5NOS | MIT | 2682-20-4 |

3种防腐剂的流动相洗脱程序见表A.2。

表 A.2 防腐剂流动相洗脱程序

| 时间/min | 流动相A/甲醇 | 流动相B/0.02 mol/L 甲酸铵 |
|--------|---------|---------------------|
| 0 | 30 | 70 |
| 7.0 | 70 | 30 |
| 13.0 | 70 | 30 |
| 13.1 | 30 | 70 |
| 15.0 | 30 | 70 |

附录 B
(资料性)
防腐剂标准谱图

3种防腐剂的标准色谱图见图B.1。

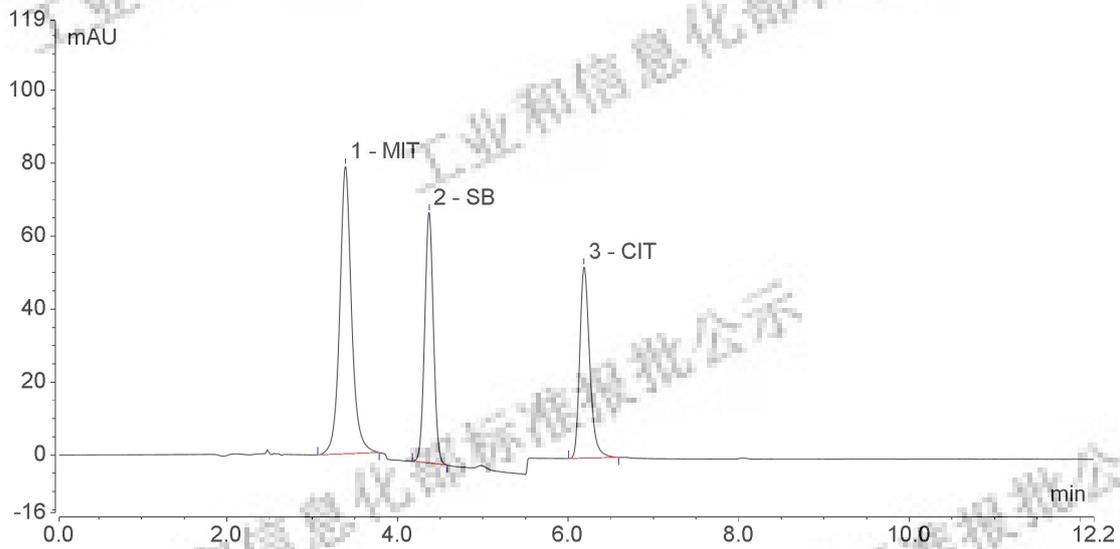


图 B.1 3 种防腐剂的标准溶液色谱图 (20 mg/L)