

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

纺织染整助剂产品中苯扎氯铵的测定

Determination of the benzalkonium chloride in textile dyeing and finishing auxiliaries

(征求意见稿)

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。)

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

纺织染整助剂产品中苯扎氯铵的测定

1 范围

本文件规定了采用高效液相色谱仪（HPLC）测定纺织染整助剂产品中十二烷基二甲基苄基氯化铵（C₁₂-BAC）、十二烷基二甲基苄基氯化铵（C₁₄-BAC）和十二烷基二甲基苄基氯化铵（C₁₆-BAC）等3种苯扎氯铵同系物（见附录A）的方法。

本文件适用于各种纺织染整助剂产品中3种苯扎氯铵同系物的测定。

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（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 8170—2008 数据修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经乙醇提取后，用高效液相色谱仪测定。依据苯扎氯铵的色谱保留时间和紫外光谱图进行定性分析，以外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的三级水。

5.1 乙醇：色谱级。

5.2 乙腈：色谱级。

5.3 乙酸铵：色谱级。

5.4 C₁₂-BAC：CAS No.139-07-1，纯度≥98%（质量分数）。

5.5 C₁₄-BAC：CAS No.139-08-2，纯度≥98%（质量分数）。

5.6 C₁₆-BAC：CAS No.122-18-9，纯度≥95%（质量分数）。

5.7 标准储备溶液，1 000 mg/L：分别准确称取 10 mg 标准物质（5.4-5.6）（精确至 0.1 mg）于 10 mL 容量瓶中，分别用乙醇溶解并定容至刻度。

注：标准储备溶液保存在（0~4）℃的环境中，有效期为6个月。

5.8 混合标准工作溶液：分别移取 2.0 mL 标准储备溶液（5.7），置于 10 mL 容量瓶中，并用乙醇定容至刻度，配制成 200 mg/L 的混合标准工作液。根据需要用乙醇逐级稀释，配制成所需浓度的系列标准工作溶液。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配有二极管阵列检测器（DAD）。

6.2 超声波发生器：工作频率为 40 kHz。

6.3 离心机：可在 8000 r/min 稳定控速。

6.4 离心管：50 mL，带盖。

6.5 容量瓶：10 mL。

6.6 分析天平：感量为 0.01g 和 0.0 001 g。

6.7 有机相针式过滤头：0.45 μm。

7 试验步骤

7.1 试样前处理

7.1.1 固体和膏体

称取1.0 g（精确至0.01 g）样品于离心管（6.4）中，加入10 mL乙醇（5.1），室温超声提取30 min后，用离心机（6.3）离心3 min，取部分上层清液经有机相针式过滤头（6.7）过滤到进样瓶，供高效液相色谱仪测定。

7.1.2 液体

称取1.0 g（精确至0.01 g）样品于容量瓶（6.5）中，用乙醇（5.1）定容至刻度，混匀，取部分上层清液经有机相针式过滤头（6.7）过滤到进样瓶，供高效液相色谱仪测定。

7.2 HPLC-DAD 分析

7.2.1 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出色谱分析的通用参数。设定的参数应保证用色谱条件测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离，以下列出的参数证明是可行的：

- a) 色谱柱：Surfactant 色谱柱，5 μm，4.6 mm×150 mm，或性能相当者；
- b) 流动相 A：乙腈，流动相 B：40 mmol/L 乙酸铵（pH=5.0）；
- c) 柱温：30 ℃；
- d) 进样量：10 μL；
- e) 流速：1.2 mL/min；

- f) 检测器：二极管阵列检测器（DAD）；
 g) 测定波长：260 nm；
 h) 洗脱程序：见表 1。

表1 液相色谱梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	30	70
15	90	10
17	90	10
18	30	70
20	30	70

7.2.2 定性分析

在 7.2.1 分析条件下，通过比较试样溶液与标准工作溶液在规定的检测波长下色谱峰的保留时间以及紫外光谱图进行定性分析。苯扎氯铵标准物质的液相色谱图参见附录 B。

7.2.3 定量分析

根据试样中被测物的含量，选取响应值相近的标准工作液进行分析。以目标化合物的峰面积为纵坐标，以其浓度为横坐标制作标准工作曲线，外标法进行定量。试样溶液中目标物的响应值均应在仪器检测的线性范围内，如果含量超过标准工作曲线范围，应将试样溶液稀释到适当浓度后再分析。

7.3 空白试验

除不加样品外，按照本文件 7.1～7.2 步骤进行。

8 试验数据处理

8.1 计算结果

测定结果以各苯扎氯铵同系物的检测结果分别表示。

样品中苯扎氯铵同系物的含量以 X_i 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_i ——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——从标准工作曲线得到的空白试验溶液浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——稀释因子；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

8.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，按GB/T 8170—2008中的4.3.3修约值比较法进行修约，结果保留小数点后一位。

9 测定低限、回收率和精密度

9.1 测定低限

本文件对C₁₂-BAC、C₁₄-BAC和C₁₆-BAC的测定低限均为50.0 mg/kg。

9.2 回收率

C₁₂-BAC、C₁₄-BAC和C₁₆-BAC的回收率在80 %~120 %之间。

9.3 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同的设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对标准偏差不大于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。

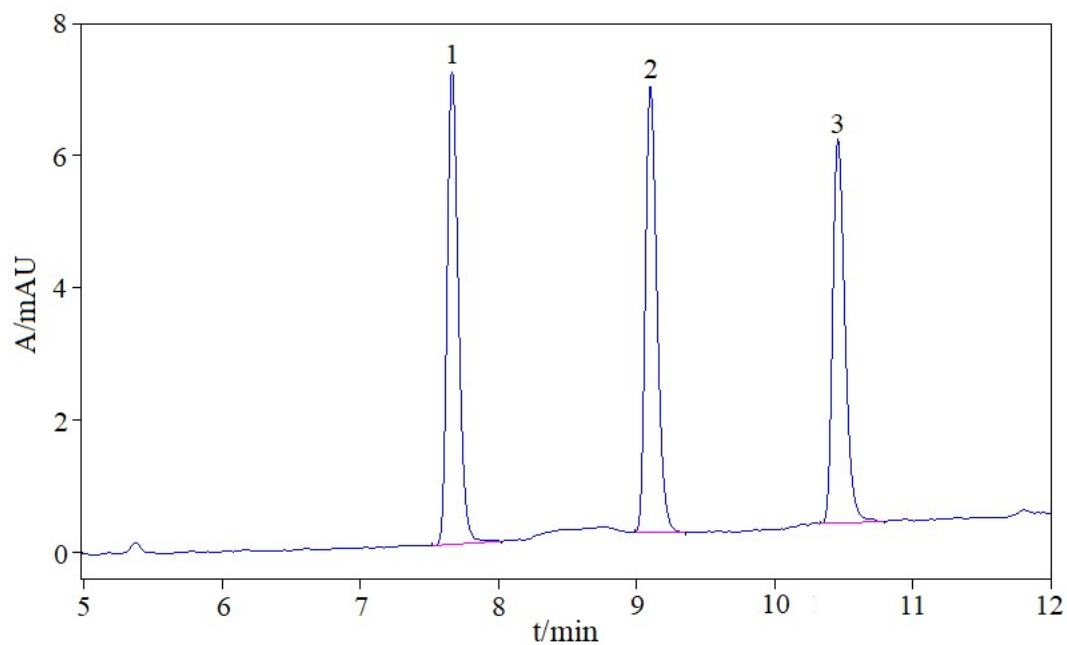
10 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品的描述；
- b) 本标准的编号；
- c) 与本文件的差异；
- d) 试验中出现的异常情况；
- e) 试验结果；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性)
HPLC-DAD 分析色谱图

图A.1给出了苯扎氯铵标准物质的液相色谱图。



标引序号说明：

1—C₁₂-BAC

2—C₁₄-BAC

3—C₁₆-BAC

图A. 1 苯扎氯铵标准物质的 HPLC-DAD 分析色谱图