0

XXXXX 发布

202\*-\*\*-\*\*实施

202\*-\*\*-\*\*发布

洗衣凝珠中活性物含量的检测方法

Determination of active matter content of laundry detergent capsules

(征求意见稿)

T/

团体标准

ICS 71.100.40

CCS Y43

1. 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XXXXXXXX提出。

本文件由中国洗涤用品工业协会归口。

本文件起草单位：广州立白企业集团有限公司、XX。

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

洗衣凝珠中活性物含量的检测方法

1. 范围

本文件规定了洗衣凝珠中总活性物含量的检测方法。

本文件适用于在洗衣凝珠产品中的液体腔内容物总活性物含量的测定。

1. 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 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法

QB/T 2739-2005 洗涤用品常用试验方法 滴定分析（容量分析）用试验溶液的制备

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

洗衣凝珠活性物

试样中表面活性剂及其他能溶于乙醇的有效成分的总和（扣除乙醇溶解物中溶剂及氯化物）。

1. 试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的三级或以上的水。

* 1. 原理

用乙醇萃取试样，过滤分离，定量乙醇溶解物、乙醇溶解物中氯化物，以及乙醇溶解物中残留溶剂，洗衣凝珠中活性物含量用乙醇溶解物含量减去乙醇溶解物中的氯化物（氯化钠计）和残留溶剂含量算得。

* 1. 试剂
     1. 95%乙醇，分析纯。
     2. 无水乙醇，分析纯。
     3. 硝酸银，c(AgNO3)=0.1 mol/L标准滴定溶液，按QB/T 2739-2005中4.5配制和标定。
     4. 铬酸钾，50 g/L溶液。
     5. 酚酞，10 g/L溶液。
     6. 硝酸，0.5 mol/L溶液。
     7. 氢氧化钠，0.5 mol/L溶液。
     8. 甘油（CAS：56-81-5）、二甘醇（CAS：111-46-6）、乙二醇（CAS：107-21-1）和1，2-丙二醇（CAS：57-55-6）标准品：含量≥98.0%。
     9. 山梨醇标准品（CAS：50-70-4）：含量≥99.5%。
     10. 乙腈，色谱纯。
  2. 仪器和装置
     1. 吸滤瓶，250 mL、500 mL或1 L。
     2. 古氏坩埚，25 mL～30 mL，铺中速滤纸或石棉滤层。

铺滤纸圆片时，先在坩埚底与多孔瓷板之间铺双层滤纸圆片，然后再在多孔瓷板上铺双层滤纸圆片，滤纸圆片直径要尽量与坩埚底部直径吻合。

铺石棉滤层时，在坩埚底与多孔瓷板之间铺一层快速定性滤纸圆片，然后倒满已在水中浸泡24 h 并浮选分出的较粗的酸洗石棉淤浆,沉降后抽滤干，如此再铺两层较细酸洗石棉，于(105±2)℃烘箱内干燥后使用

* + 1. 沸水浴锅。
    2. 烘箱，能控温于(105±2)℃。
    3. 烧杯，150 mL、250 mL、300 mL。
    4. 干燥器，内盛变色硅胶或者其他干燥剂。
    5. 量筒，25 mL、100 mL。
    6. 玻璃坩埚，孔径5 µm～15 µm，约30 mL。
    7. 滴定管，25 mL。
    8. 滴瓶，100 mL。
    9. 表面皿。
    10. 玻璃棒。
    11. 移液管，50 mL。
    12. 分析天平，称量精度0.1 mg。
    13. 超声波水浴锅。
    14. 滤膜，有机相，0.22 µm。
    15. 容量瓶，10 mL、25 mL、50 mL、100 mL。
    16. 气相色谱仪，具有FID检测器。
    17. 气相色谱柱，INNOWAX（30 m×0.320 mm×0.25 µm）或者相当。
    18. 液相色谱仪，具有示差折光检测器。
    19. 液相色谱柱，Agilent ZORBAX NH2（4.6m×250mm，5µm）或者相当。
  1. 试样制备
     1. 单液体腔洗衣凝珠

使用镊子夹住凝珠，用剪刀在边缘剪开小口，将凝珠倾斜，使液体流入合适的容器，至所需量后立即密封容器。

* + 1. 多液体腔洗衣凝珠

**分腔取样**：用镊子夹凝珠，观察各腔分隔位置，在每个目标腔室边缘用剪刀剪开小口，分别将液体收集至不同的容器，并做好腔室标记。

**混合取样**：将凝珠放入大的容器中，用工具挤压，使各腔液体混合均匀，再从混合液中取适量样本至实验用的容器。

* + 1. 固体液体多腔洗衣凝珠

用镊子固定凝珠，找到液体腔，用剪刀剪开，让液体流入合适的容器，要避免固体混入。

* 1. 程序
     1. 乙醇溶解物的测定

称取试样约2.0 g(m0)，精确至0.0001g，置于150 mL烧杯(4.3.5)中，加入100 mL无水乙醇(4.2.2)，搅拌，加热近沸腾，促其溶解完全。静置片刻，用倾泻法通过古氏坩埚(4.3.2)或玻璃坩埚(4.3.8)进行过滤[用吸滤瓶(4.3.1)吸滤]。将清液尽量排干，不溶物尽可能留在烧杯中，再以同样方法，每次用95%热乙醇(4.2.1)25 mL重复萃取、过滤，操作四次。将吸滤瓶中的乙醇萃取液小心地转移至已称重的250 mL烧杯(4.3.5)中，用95%热乙醇(4.2.1)冲洗吸滤瓶三次，滤液和洗液合并于250 mL烧杯中(此为乙醇萃取液)。

将盛有乙醇萃取液的烧杯(4.3.5)置于沸腾水浴中，使乙醇蒸发至尽，再将烧杯外壁擦干，置于(105士2)℃烘箱(4.3.4)内干燥1h，移入干燥器(4.3.6)中，冷却30min并称重(m1)。

* + 1. 乙醇溶解物中氯化钠的测定

将已称重的烧杯中的乙醇萃取物用95%乙醇(4.2.1)20 mL～30 mL加热溶解，冷却至室温，用95%乙醇(4.2.1)转移入100 mL(V0)容量瓶中，冲洗烧杯的95%乙醇(4.2.1)也一并转入，定容，摇匀备用，此为**乙醇萃取物溶液**。

用移液管(4.3.13)吸取50.0 mL上述**乙醇萃取物溶液**至锥形瓶中，加入50 mL纯水，加入酚酞溶液(4.2.5)3滴，如呈红色，则以0.5 mol/L硝酸溶液(4.2.6)中和至红色刚好退去；如不呈红色，则以0.5 mol/L氢氧化钠溶液(4.2.7)中和至微红色，再以0.5 mol/L硝酸溶液(4.2.6)回滴至微红色刚好退去。然后加入1 mL铬酸钾指示剂(4.2.4)，用0.1 mol/L硝酸银标准滴定溶液(4.2.3)滴定至溶液由黄色变为橙色为止。记下读数（V1），按式（1）计算乙醇溶解物中氯化物的质量(m2)。

* + 1. 乙醇溶解物中甘油、二甘醇、乙二醇和1，2-丙二醇的测定
       1. 标准溶液的配制

称取甘油、二甘醇、乙二醇和1，2-丙二醇标准品(4.2.8)各0.4 g（精确至0.0001g），于100 mL容量瓶中，用95%乙醇(4.2.1)定容至刻度，摇匀后配制成浓度为4 g/L的混合标准贮备液。(**注：可以根据乙醇溶解物中残留溶剂量调整混合标准贮备液中各标准品的浓度**

移取甘油、二甘醇、乙二醇和1，2-丙二醇混合标准贮备液适量，用95%乙醇(4.2.1)稀释，配制成浓度为0.4 g/L、1.2 g/L、2.0 g/L、2.8 g/L、4.0 g/L的系列混合标准溶液，供气相色谱测定。

以测得峰面积为纵坐标，对应的标准溶液浓度为横坐标，绘制标准工作曲线。求回归方程和相关系数。

* + - 1. 气相色谱条件
         1. 气化室温度：250℃。
         2. 检测器室温度：280℃。
         3. 载气：N2。
         4. 燃气：H2。
         5. 柱温程序：起始温度140℃，保持10 min，以5℃/min恒速升温至250 ℃，恒温10 min。
         6. 进样量：1 µL。
         7. 分流比：10:1。
         8. 色谱柱：INNOWAX（30 m×0.320 mm×0.25 µm）或相当。
      2. 试样处理及测定

在上述色谱条件下，待仪器就绪后，测定标准溶液系列和乙醇萃取物溶液（将4.5.2中的乙醇萃取物溶液用0.22 µm滤膜过滤后即可）。乙醇萃取物溶液中色谱峰的保留时间与标准品的保留时间对照定性，以2次重复所得的峰面积数据计算结果。

* + 1. 试样中山梨醇的测定
       1. 标准溶液的配制

称取山梨醇标准品(4.2.9)0.6g（精确至0.0001g）于50 mL容量瓶中，用超纯水定容，摇匀，作为山梨醇标准溶液的储备液，浓度为12g/L。

分别移取该标准储备液1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、10.0 mL于10 mL容量瓶中，用超纯水定容，摇匀，配制成浓度为1.2g/L、3.6 g/L、6 g/L、8.4 g/L、12g/L系列标准溶液备用。**(注：可以根据试样中山梨醇含量调整标准贮备液中标准品的浓度)**。

以测得峰面积为纵坐标，对应的标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。求回归方程和相关系数。

* + - 1. 液体相色谱条件
         1. 流动相：乙腈：超纯水=75：25。
         2. 柱温：35.0 ℃。
         3. 流速：1.0 mL/min。
         4. 进样量：5 µL。
         5. 色谱柱：Agilent ZORBAX NH2（4.6m×250mm，5µm）或者相当。
      2. 试样处理及测定

在上述色谱条件下，待仪器就绪后，准确称取0.5g(m4)的试样（精确到0.0001g）于10ml(V2)的容量瓶中，使用超纯水定容，充分摇匀并超声15min，用0.22 µm滤膜过滤后进样。样品中色谱峰的保留时间与标准品的保留时间对照定性，以2次重复所得的峰面积数据计算结果。

* 1. 结果计算
     1. 乙醇溶解物中氯化物的质量m2(g)，以氯化钠计，按式(1)计算。

……………(1)

式中：

——硝酸银标准滴定溶液的浓度，mol/L；

——试样耗用硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

0.0585——氯化钠的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

* + 1. 乙醇溶解物中溶剂各组分（甘油、二甘醇、乙二醇、1，2-丙二醇）的质量按式(2)计算。

…………………………(2)

式中：

——乙醇溶解物中溶剂各组分（甘油、二甘醇、乙二醇、1，2-丙二醇）的质量，g；

——从标准工作曲线查出的乙醇萃取物溶液各组分（甘油、二甘醇、乙二醇、1，2-丙二醇）的浓度，g/L；

——乙醇萃取物溶液的体积，mL；

* + 1. 乙醇溶解物中溶剂的总质量按式(3)计算。

 ………………(3)

式中：

——乙醇溶解物中溶剂各组分（甘油、二甘醇、乙二醇、1，2-丙二醇）的质量，g；

——乙醇溶解物中溶剂的总质量,g；

* + 1. 试样中山梨醇含量()，以质量分数表示，按式(4)计算。

………………(4)

式中：

——从标准工作曲线查出的试样溶液中山梨醇的浓度，g/L；

——在测试试样中山梨醇含量时，所称取试样定容的体积，mL；

——在测试试样中山梨醇含量时，所称取的试样的质量，g；

* + 1. 洗衣凝珠活性物含量()，以质量分数表示，按式(5)计算。

………………(5)

式中：

——乙醇溶解物的质量，g；

——乙醇溶解物中氯化物(以氯化钠计)的质量，g；

——乙醇溶解物中溶剂的总质量，g；

——试样的质量，g

——试样中山梨醇含量，%。

* 1. 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大于1.0%，以大于1.0%的情况不超过5%为前提。

称取2.0g试样试验时，该方法的甘油、二甘醇、乙二醇和1，2-丙二醇检出限为0.03%，最低定量检出限为0.1%。

称取0.5g试样试验时，该方法的山梨醇检出限为0.4%，最低定量检出限为1.2%。

1. 试验结果报告要求

试验结果报告应包括以下列内容：

a) 所用测定方法；

b) 结果和所用的表示方式；

c) 测定过程中出现的任何异常现象；

d) 本标准未包括的任何操作或自选操作；

e) 试验日期及环境条件；

f) 其他需要说明的事项。