



中华人民共和国国家标准

GB/T 28193—××××

代替GB/T 28193—2011

表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定

Determination of chloroacetic acid(chloroacetate) contents in surfactants

（送审稿）

202*****发布

202*****实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件代替GB/T 28193—2011《表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定》，与GB/T 28193—2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要变化如下：

——修改了试剂等级（见3.2.2、3.2.3、4.2.2、4.2.3、4.2.8，2011年版的3.2.2、3.2.3、4.2.2、4.2.3）；

——增加了液相色谱仪器检出限（见3.4.1）

——增加了试剂（见4.2.8）

——增加了离子色谱用预柱（见4.3.6、4.3.7）

——增加了对离子树脂的验证确认（见A.4.3）

——按GB/T 1.1—2020要求对文件重新进行编辑性修改。

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专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC272）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——2011年首次发布为GB/T 28193—2011；

——本次为第一次修订。

表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定

1 范围

本文件规定了使用液相色谱法测定表面活性剂中一氯乙酸（盐）和二氯乙酸（盐）残留量的方法。

本文件适用于以一氯乙酸或一氯乙酸钠为原料生产的表面活性剂如：醇酚醚羧酸盐、烷基咪唑啉羧酸盐、脂肪烷基二甲基甜菜碱、脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱等产品中残留一氯乙酸（盐）和二氯乙酸（盐）含量的测定。当样品中一氯乙酸（盐）和二氯乙酸（盐）含量超过标准工作曲线范围时，需要增加标准溶液的浓度或将样品稀释或减量测定。

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 13659 强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂

3 液相色谱法

3.1 原理

使用反相C₈色谱柱，以10%的乙腈水溶液（每1 000 mL中加入2.0 mL正磷酸）为流动相，紫外检测器或二极管阵列检测器，在波长214 nm处检测产品中残留的一氯乙酸（盐）和二氯乙酸（盐）。

3.2 试剂

3.2.1 水，符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

3.2.2 一氯乙酸，已知纯度的标准物质。

3.2.3 二氯乙酸，已知纯度的标准物质。

3.2.4 乙腈，液相色谱专用。

3.2.5 正磷酸，分析纯。

3.2.6 盐酸溶液，1+1（体积分数），取分析纯的盐酸 10 mL 与水（3.2.1）10 mL 混合摇匀。

3.3 仪器

3.3.1 液相色谱仪：带有数据处理系统，配备紫外检测器或者二极管阵列检测器，检测器的基线噪音在 254 nm 处不大于 2×10^{-5} AU/s（空池）；基线漂移在 254 nm 处不大于 1×10^{-3} AU/h（空池、稳定 60 min）。

3.3.2 液相色谱柱：C₈硅胶键合液相色谱柱，250 mm × 4.6 mm（内径），固定相粒径 5 μm，或相当者，适用 pH 值范围为 1~8。

3.3.3 微量注射器，25 μL。

3.3.4 分析天平，感量 0.1 mg。

3.3.5 用于流动相脱气的超声波装置。

3.3.6 带真空泵的抽滤装置，滤膜 0.2 μm 或 0.45 μm，样品过滤头 0.2 μm。

3.3.7 容量瓶，100 mL。

3.3.8 烧杯，50 mL。

3.4 程序

3.4.1 色谱条件

- a) 流动相：移取水（3.2.1）900 mL 加入正磷酸（3.2.5）2.0 mL，混匀，经抽滤装置（3.3.6）过滤；再加入过滤过的乙腈（3.2.4）100 mL，混匀，此溶液的 pH 值约为 1.7~2.0。经超声波装置（3.3.5）脱气后使用。
- b) 流速：1.0 mL/min；
- c) 检测波长：214 nm；
- d) 进样量：20 μ L。

在上述条件下仪器的检测限（以 3 倍信噪比计）：一氯乙酸 0.3 μ g/mL，二氯乙酸 0.1 μ g/mL。

3.4.2 标准工作曲线

3.4.2.1 标准储备液

分别称取标准物一氯乙酸（3.2.2）和二氯乙酸（3.2.3）各 0.1 g（称准至 0.001 g）于 25 mL 烧杯中，加入适量流动相溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，用流动相洗涤烧杯，洗涤液一并转入容量瓶中，用流动相定容，摇匀。该溶液即为标准储备液，含一氯乙酸和二氯乙酸浓度约 1 mg/mL（溶液的具体浓度应按所用两种标准物的已知浓度加以折算）。

标准储备液应放冰箱内于 4 $^{\circ}$ C 冷藏保存，有效期不超过 7 天。

3.4.2.2 标准溶液

分别移取 0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL 标准储备液于 5 个 100 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即为标准溶液。该标准溶液随用随配，不能贮存。

用 0.2 μ m 样品过滤头过滤标准溶液后，取 20 μ L，进行色谱分析。使用适当的测量工具或计算软件应用附录 B 的公式，计算回归曲线的线性相关系数，要求所得相关系数大于 0.999。该曲线即为标准工作曲线。

3.4.3 样品分析

3.4.3.1 烷基聚氧基醚羧酸盐（AEC）和烷基咪唑啉羧酸盐样品

称取样品约 5 g~10 g（称准至 0.001 g）于 100 mL 烧杯中，用 30 mL 流动相溶解，逐滴加入盐酸溶液（3.2.6），在 pH 计上调节样品溶液的 pH 值与流动相的 pH 值一致。转移入 100 mL 容量瓶中，用流动相洗涤烧杯，洗涤液一并转入容量瓶中，用流动相定容，摇匀（如果样品在流动相中溶解性不足，或出现浑浊的现象，可以调整 pH 值，使样品溶液均匀透明，但应保证色谱分离效果满足要求）。用 0.2 μ m 样品过滤头过滤该样品溶液后，取 20 μ L，进行色谱分析。

3.4.3.2 甜菜碱类样品

样品按附录 A 方法用离子交换树脂柱处理，所得样品溶液用 0.2 μ m 样品过滤头过滤，取 20 μ L，进行色谱分析。

注：附录 A 对样品的处理是为了消除试样中某些未知成分对氯乙酸色谱峰的干扰，当不存在此类干扰时，直接配成溶液测定。

3.4.4 一氯乙酸和二氯乙酸典型色谱图

一氯乙酸和二氯乙酸典型色谱图见图 1。

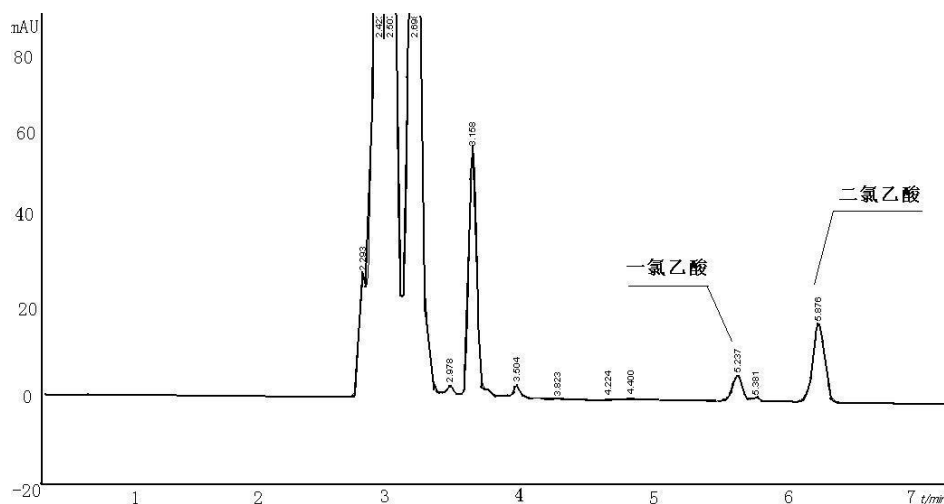


图1 脂肪烷基二甲基甜菜碱样品中一氯乙酸和二氯乙酸典型色谱图

3.5 结果计算

3.5.1 一氯乙酸残留含量

一氯乙酸的残留量，按式（1）进行计算。

$$X_1 = \frac{A \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_1 ——一氯乙酸的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

A ——从工作曲线得到的一氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

3.5.2 一氯乙酸钠残留含量

一氯乙酸钠的残留量，按式（2）进行计算。

$$X_2 = \frac{A \times V \times 116.5}{m \times 94.5} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

X_2 ——一氯乙酸钠的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

A ——从工作曲线得到的一氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）；

116.5——一氯乙酸钠的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

94.5——一氯乙酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

3.5.3 二氯乙酸残留含量

二氯乙酸的残留量，按式（3）进行计算。

$$X_3 = \frac{B \times V}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

X_3 ——二氯乙酸的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

B ——从工作曲线得到的二氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——样品质量，单位为克（ g ）。

3.5.4 二氯乙酸钠残留含量

二氯乙酸钠的残留量，按式（4）进行计算。

$$X_4 = \frac{B \times V \times 150.9}{m \times 128.9} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

X_4 ——二氯乙酸钠的残留量，单位为毫克每千克（ mg/kg ）；

B ——从工作曲线得到的二氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（ mL ）；

150.9——二氯乙酸钠的摩尔质量，单位为克每摩尔（ g/mol ）；

128.9——二氯乙酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（ g/mol ）。

3.6 精密度

当样品中一氯乙酸（盐）或二氯乙酸（盐）浓度 $<50 \text{ mg/kg}$ 时，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15%，以大于这两个测定值的算术平均值的15%的情况不超过5%为前提。

当样品中一氯乙酸（盐）或二氯乙酸（盐）浓度 $\geq 50 \text{ mg/kg}$ 时，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。

4 离子色谱法

4.1 原理

样品适当稀释、经过阴离子交换柱，一氯乙酸和二氯乙酸被吸附，通过流动相将其洗脱，通过电导检测器，测定样品中残留的一氯乙酸（盐）和二氯乙酸（盐）。

4.2 试剂

4.2.1 超纯水，电阻率 $18.2 \text{ M}\Omega$ 。

4.2.2 一氯乙酸，已知纯度的标准物质。

4.2.3 二氯乙酸，已知纯度的标准物质。

4.2.4 硫酸，分析纯。

4.2.5 碳酸钠，优级纯。

4.2.6 碳酸氢钠，优级纯。

4.2.7 氢氧化钠，优级纯。

4.2.8 无水甲醇，色谱纯。

4.3 仪器

4.3.1 离子色谱仪，配置分离柱、保护柱、电导检测器以及可连续再生的抑制器和数据处理软件。

4.3.2 分析天平，感量 0.1 mg 。

4.3.3 水相过滤膜， $0.45 \mu\text{m}$ 。

4.3.4 容量瓶：100 mL，1 000 mL。

4.3.5 烧杯：25 mL，100 mL。

4.3.6 IC-Ag 预柱（长度1 cm及以上，使用前注入高纯水5 mL清洗活化10 min）。

4.3.7 IC- C_{18} 反向吸附柱（长度1 cm及以上，使用前先用5 mL色谱纯无水甲醇活化，放置10 min，然后用10 mL超纯水清洗活化待用）。

4.4 程序

4.4.1 色谱条件

4.4.1.1 选择色谱条件

色谱条件选择与所用的仪器有关,可选用下列条件之一或进行适当变更,以便为样品提供合适的分离条件。

4.4.1.2 阴离子交换分析柱, 4 mm × 250 mm, 配备相应的保护柱。

- a) 流动相(淋洗液): 3.2 mmol/L 碳酸钠(4.2.5)和 1.0 mmol/L 碳酸氢钠(4.2.6)混合液;
- b) 流速: 0.70 mL/min;
- c) 进样量: 20 μ L;
- d) 积分方式: 峰面积;
- e) 再生液: 50 mmol/L 的硫酸(4.2.4)水溶液。

在上述条件下仪器的检测限(以 3 倍信噪比计): 一氯乙酸 0.012 μ g/mL, 二氯乙酸 0.032 μ g/mL。

图 2 为此条件下典型样品示例图。

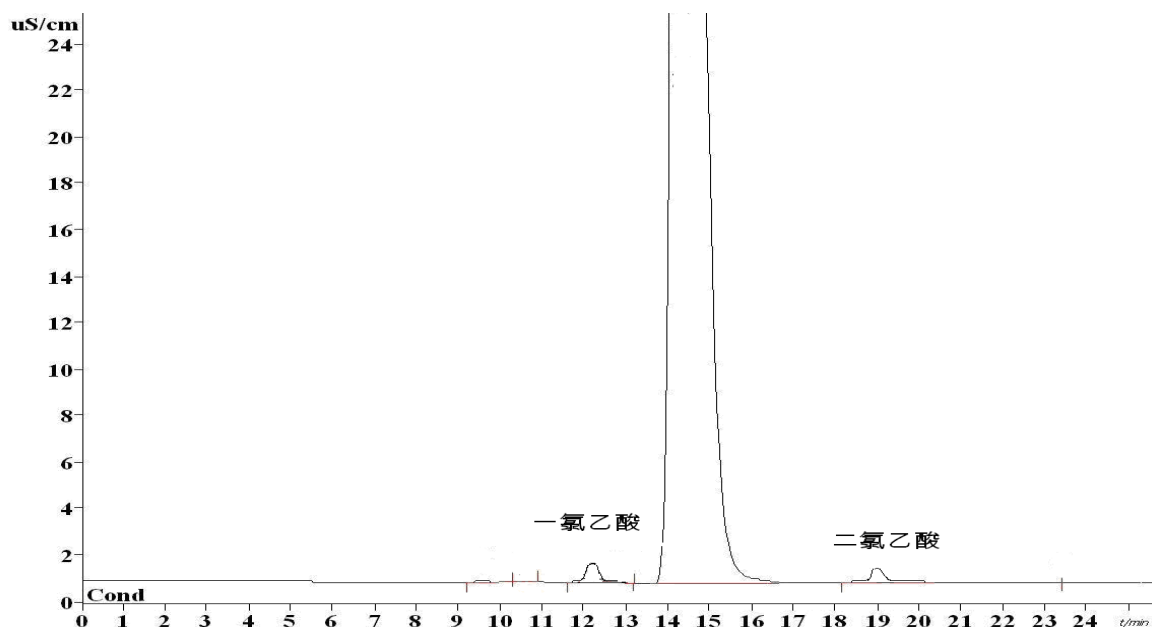


图2 样品示例图

4.4.1.3 阴离子交换分析柱, 4 mm×250 mm, 配备相应的保护柱。

- a) 流动相(淋洗液): 15 mmol 氢氧化钠(4.2.7)水溶液;
- b) 流速: 0.85 mL/min;
- c) 进样量: 25 μ L;
- d) 积分方式: 峰面积。

在上述条件下仪器的检测限(以 3 倍信噪比计): 一氯乙酸 0.012 μ g/mL, 二氯乙酸 0.051 μ g/mL。

图 3 为此条件下典型样品示例图。

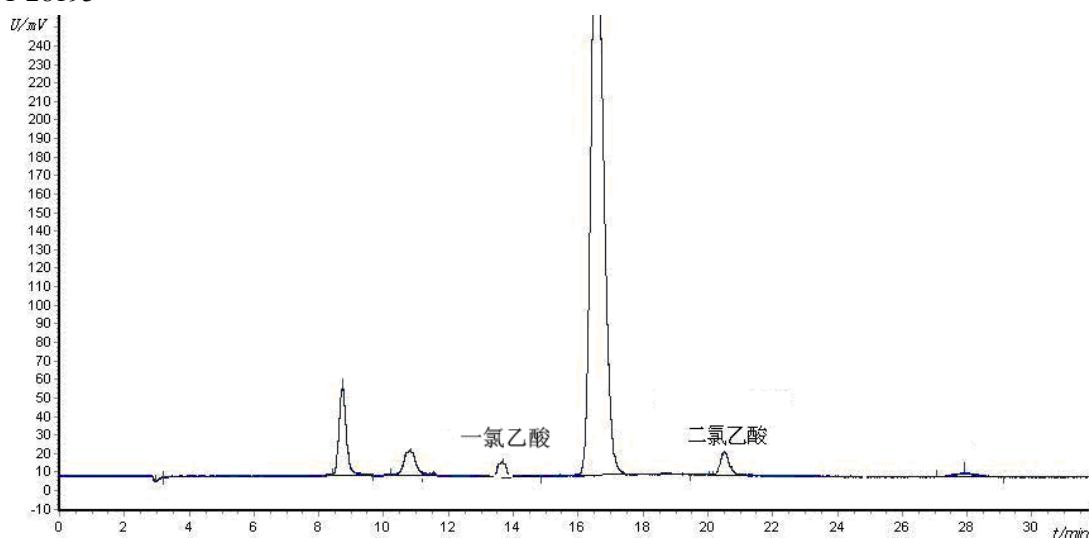


图3 样品示例图

4.4.2 标准工作曲线

4.4.2.1 标准储备液

准确称取一氯乙酸（4.2.2）和二氯乙酸（4.2.3）各 0.1 g（称准至 0.001 g）于 25 mL 烧杯中，用超纯水溶解于同一 1 000 mL 容量瓶中，用超纯水洗涤烧杯，洗涤液一并转入容量瓶中，定容，摇匀。制成浓度为 0.1 mg/mL 的一氯乙酸和二氯乙酸标准储备液。

标准储备液应放冰箱内 4℃ 保存，有效期不超过 7 天。

4.4.2.2 标准溶液的配制

分别移取 0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 标准储备液于 5 个 100 mL 容量瓶中，用超纯水稀释至刻度，摇匀，即为标准溶液。该标准溶液随用随配，不能贮存。

标准溶液用 0.45 μm 的滤膜过滤后，经 IC-C₁₈ 柱、IC-Ag 柱过滤后，再用 0.45 μm 的滤膜过滤后进样，进行色谱分析。使用适当的测量工具或计算软件应用附录 B 的公式计算回归曲线的线性相关系数，要求所得相关系数大于 0.999。该曲线即为标准工作曲线。

4.4.3 样品分析

称取样品 1.0 g~5.0 g（称准至 0.001 g）于 25 mL 烧杯中，加入适量超纯水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，用超纯水洗涤烧杯，洗涤液一并转入容量瓶中，用超纯水定容，摇匀。样品溶液用 0.45 μm 的滤膜过滤后，经 IC-C₁₈ 柱、IC-Ag 柱过滤后，再用 0.45 μm 的滤膜过滤后进样，进行色谱分析。

4.5 结果计算

4.5.1 一氯乙酸残留含量

一氯乙酸的残留量，按式（3）进行计算。

$$X_5 = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中：

X_5 —— 一氯乙酸的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从工作曲线得到的一氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

4.5.2 一氯乙酸钠残留含量

一氯乙酸钠的残留量，按式（4）进行计算。

$$X_6 = \frac{C \times V \times 116.5}{m \times 94.5} \dots\dots\dots(6)$$

式中：

X_6 ——一氯乙酸钠的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从工作曲线得到的一氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

4.5.3 二氯乙酸残留含量

二氯乙酸的残留量，按式（5）进行计算。

$$X_7 = \frac{D \times V}{m} \dots\dots\dots(7)$$

式中：

X_7 ——二氯乙酸的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

D ——从工作曲线得到的二氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

4.5.4 二氯乙酸钠残留含量

二氯乙酸钠的残留量，按式（6）进行计算。

$$X_8 = \frac{D \times V \times 150.9}{m \times 128.9} \dots\dots\dots(8)$$

式中：

X_8 ——二氯乙酸钠的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

D ——从工作曲线得到的二氯乙酸浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

4.6 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 15 %，以大于这两个测定值的算术平均值的 15 %的情况不超过 5 %为前提。

5 测试报告

测试报告应包含下列信息：

- a) 所有能反映样品的必要信息；
- b) 所用方法；
- c) 结果和所用检测程序；
- d) 没有按照此标准或标准中参考的其他操作细节，或其他任选的相关操作 and 所有可能影响结果的附件。

附 录 A
(规范性附录)
甜菜碱样品前处理方法

A.1 原理

应用强酸性阳离子交换树脂将样品中干扰测定的组分除去。

A.2 试剂

- A.2.1 水，符合GB/T 6682中一级水的要求。
- A.2.2 强酸性阳离子交换树脂，氢型，0.3 mm~1.00 mm，001×7型（树脂需要按A.4.3条验证确认，满足用于对甜菜碱样品的处理）。
- A.2.3 盐酸，分析纯，4 mol/L溶液。
- A.2.4 广泛pH试纸。
- A.2.5 乙腈溶液，10%（体积分数），移取液相色谱专用乙腈20 mL与180 mL水（A.2.1），混合均匀。

A.3 仪器

- A.3.1 容量瓶，100 mL。
- A.3.2 烧杯，200 mL。
- A.3.3 玻璃分析柱，长约20 cm，外径2.5 cm，下端收缩带有旋塞或带弹簧夹的橡皮管。

A.4 操作步骤

- A.4.1 将阳离子交换树脂（A.2.2）用3倍体积的盐酸溶液（A.2.3）浸泡过夜，用水以倾泻法洗涤3次。再用3倍体积的盐酸溶液（A.2.3）浸泡并搅拌10 min，用水以倾泻法洗涤3次。然后倒入柱中，用水洗涤至中性[用广泛pH试纸（A.2.4）测定，pH ≈ 7]，放好备用。
- A.4.2 在玻璃分析柱下端收缩部分装入少量玻璃棉，将处理好的强酸性阳离子交换树脂装入玻璃分析柱中，高度约15 cm。设法除去柱中的气泡，先用水（A.2.1）洗涤至中性[用广泛pH试纸（A.2.4）测定，pH ≈ 7]，再用100 mL乙腈溶液（A.2.5）洗涤。
- A.4.3 树脂的验证确认：分别移取0.1 mL、2.0 mL标准储备液（3.4.2.1）于200 mL烧杯中，加入约40 mL乙腈溶液（A.2.5），搅拌溶解，将溶液倒入离子交换柱中，控制流出速度为1滴/秒，流出液直接接入100mL容量瓶中，用适量乙腈溶液（A.2.5）洗涤烧杯，洗涤液加入离子交换柱中，再继续加入乙腈溶液（A.2.5），直至流出液达到容量瓶刻度停止，摇匀。用0.2 μm样品过滤头过滤该标准品溶液后，进样20 μL，进行色谱分析。计算一氯乙酸、二氯乙酸回收率，回收率满足表A.1要求时，该阳离子树脂可以用于处理甜菜碱样品。

表A.1 方法回收率偏差范围

浓度水平范围 mg/kg	回收率范围%
>100	95~105
1~100	90~110
0.1~1	80~110
<0.1	60~120

A. 4. 4 用200 mL的烧杯称量甜菜碱样品约5 g（称准至0.001 g），加入约40 mL乙腈溶液（A.2.5），搅拌溶解。

A. 4. 5 将样品溶液倒入离子交换柱中，控制流出速度为1滴/s，流出液直接接入100 mL容量瓶中。用适量乙腈溶液（A.2.5）洗涤烧杯，洗涤液加入离子交换柱中，再继续加入乙腈溶液（A.2.5），直至流出液达到容量瓶刻度停止，摇匀。用0.2 μm样品过滤头过滤该样品溶液后，注射20 μL，进行色谱分析。

附 录 B
(资料性附录)
一元线性回归方程的求法

B.1 一组测试结果见表B.1。

表B.1 一组测试结果

测试次数	1	2	i	n
测试变量 x	x_1	x_2	x_i	x_n
测试结果 y	y_1	y_2	y_i	y_n

根据表B.1采用一元线性回归，又称“最小二乘法”可以拟合得到式（B.1）的线性方程。

$y = ax + b$ (B.1)

式中：
 a ——常数项，直线方程的斜率，按式（B.2）计算获得；
 b ——常数项，直线方程的截距，按式（B.3）计算获得。

$$a = \frac{\sum x_i y_i - \frac{1}{n} (\sum x_i) (\sum y_i)}{\sum x_i^2 - \frac{1}{n} (\sum x_i)^2} = \frac{\sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum (x_i - \bar{x})^2}$$
 (B.2)

式中：
 x_i —— 第*i*次试验的测试变量；
 y_i —— 对应于第*i*次试验的测试结果；
 n —— 试验的测定总次数；

\bar{x} —— n 次试验的测试变量算术平均值， $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum x_i$ ；

\bar{y} —— n 次试验的测试结果算术平均值， $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum y_i$ 。

$b = \bar{y} - a\bar{x}$ (B.3)

拟合线性方程的相关系数 γ 按式（B.4）计算：

$$\gamma = \frac{\sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2 \cdot \sum (y_i - \bar{y})^2}}$$
 (B.4)

国家标准《表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定》编制说明

（送审稿）

（一）工作简况

1、任务来源

本项目是根据国家标准化管理委员会关于下达 2025 年第六批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知（国标委发[2025]34 号），计划编号为 20252784-T-607，项目名称“表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法”，主要起草单位：中国日用化学研究院有限公司、中轻检验认证（太原）有限公司等，计划应完成时间为 2026 年 7 月。

2、主要工作过程

起草阶段：

项目下达后，标委会秘书处组织参加起草单位成立标准制定工作组，对当前表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定进行了调研，并且检索了国内外技术资料。在此基础上编制出《表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定》标准征求意见稿，报标委会秘书处。

征求意见阶段：

2025 年 12 月 11 日在太原召开标准征求意见会议，会上代表提出 5 条意见。标准编制组采纳 3 条，未采纳 2 条。

送审阶段：

报批阶段：

3、主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

二、标准编制原则和主要内容

1、标准编制原则

本标准的制定符合产业发展的原则，本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原则以及标准的目标、统一性、协调性、适用性、一致性和规范性原则来进行本标准的制定工作。

本标准起草过程中，主要按 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》进行编写。本标准制定过程中，主要参考了以下标准或文件：

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13659 强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂

在编制过程中，充分考虑了与其他相关标准的协调性，避免出现技术矛盾或重复规定。工作组多次组织研讨与验证，确保各项内容科学合理，符合当前产业发展方向和技术进步趋势。

2、主要内容

原标准 2011 年发布执行，本次修订为第一次修订。主要变动内容有：

——修改了一氯乙酸、二氯乙酸试剂的等级（见文件中 3.2.2、3.2.3、4.2.2、4.2.3、4.2.8，2011 版 3.2.2、3.2.3、4.2.2、4.2.3）；

——离子色谱法中增加了 IC-Ag、IC-C₁₈ 预柱（见文件中 4.3.6、4.3.7）；

——按 GB/T 1.1—2020 要求对文件重新进行编辑性修改。

三、主要试验（或验证）情况

1、征求意见阶段

标准文本发布后，有企业发现离子色谱法测试时，一氯乙酸保留时间处有干扰，不能判断是否有一氯乙酸的残留，因此在色谱柱前加 IC-Ag（疏水性化合物的去除）、IC-C₁₈（卤素及其他阴离子的去除，如 Cl⁻、Br⁻、I⁻、AsO₄³⁻、CrO₄²⁻、CN⁻、MoO₄²⁻、PO₄³⁻、SeO₃²⁻、SeCN⁻、S²⁻、SCN⁻等）预柱后，排除干扰离子后，可以判断是否存在一氯乙酸。表 1 为离子色谱法测试样品时加预柱前后数据对比。

表 1 离子色谱法加预柱数据前后对比

产品批次	未加预柱一氯乙酸测试结果	加预柱后一氯乙酸测试结果	未加/加预柱后二氯乙酸测试结果
Z20250407-229	未检出	未检出	85
Z20250508-280	未检出	未检出	152
Z20250509-285	未检出	未检出	120
Z20250605-325	未检出	未检出	127
Z20250701-369	未检出	5.80	155
Z20250708-377	未检出	未检出	100
Z20250716-399	未检出	2.30	85
Z20250731-423	未检出	未检出	99
Z20250801-431	未检出	未检出	97
Z20250804-438	未检出	未检出	99
Z20250908-518	未检出	未检出	101
Z20250909-520	未检出	未检出	97
Z20250912-528	未检出	未检出	97

2、修订情况

本次对 2011 版标准修订情况见表 1。

表 1 本标准与 2011 版标准差异对比

章节号	本标准	章节号	2011版标准	差异说明
3.2.2	一氯乙酸，已知纯度的标准物质	3.2.2	一氯乙酸，分析纯，含量不低于99%	配制标准溶液时，按有标准物质优先使用的原则
3.2.3	二氯乙酸，已知纯度的标准物质	3.2.3	二氯乙酸，分析纯，含量不低于99%	配制标准溶液时，按有标准物质优先使用的原则
4.2.2	一氯乙酸，已知纯度的标准物质	4.2.2	一氯乙酸，分析纯，含量不低于99%	配制标准溶液时，按有标准物质优先使用的原则
4.2.3	二氯乙酸，已知纯度的标准物质	4.2.3	二氯乙酸，分析纯，含量不低于99%	配制标准溶液时，按有标准物质优先使用的原则
4.2.8	无水甲醇，色谱纯	/	/	活化预柱用
4.3.6	IC-Ag（长度1cm及以上，使用前注入高纯水5mL清洗活化10 min）	/	/	疏水性化合物的去除

4.3.7	IC-C18反向吸附柱（长度1cm及以上，使用前先用5ml色谱纯无水甲醇注射活化，放置10 min，然后用10 mL超纯水注射清洗活化待用）	/	/	卤素及其他阴离子的去除
4.4.2.2	标准溶液用0.45 μm的滤膜过滤后，经IC-C18柱，IC-Ag柱过滤后，再用0.45 μm的滤膜过滤后进样	4.4.2.2	标准溶液用 0.45 μm 的滤膜过滤后，直接进样	去除干扰。未加预柱时未测得一氯乙酸，经预柱后测试到氯乙酸
4.4.2.3	样品溶液用0.45 μm的滤膜过滤后，经IC-C18柱，IC-Ag柱过滤后，再用0.45 μm的滤膜过滤后进样	4.4.2.3	样品溶液用 0.45 μm 的滤膜过滤后，直接进样	去除干扰。未加预柱时未测得一氯乙酸，经预柱后测试到氯乙酸

3、征求意见稿后

针对厂家对征求意见稿提出的主要问题甜菜碱类样品处理时使用树脂得问题和一氯乙酸衍生化后测试的问题，进行了验证，结果如下：

a) 不同树脂处理后标样及样品情况：

选取天津科密欧公司、国药集团、上海罗门哈斯化工有限公司三家公司强酸性阳离子交换树脂进行试验

①树脂处理：

将阳离子交换树脂用3倍体积的盐酸溶液浸泡过夜，用水以倾泻法洗涤3次。再用3倍体积的盐酸溶液浸泡并搅拌10 min，用水以倾泻法洗涤3次。然后倒入柱中，用水洗涤至中性[用广泛pH试纸测定，pH ≈ 7]，放好备用。

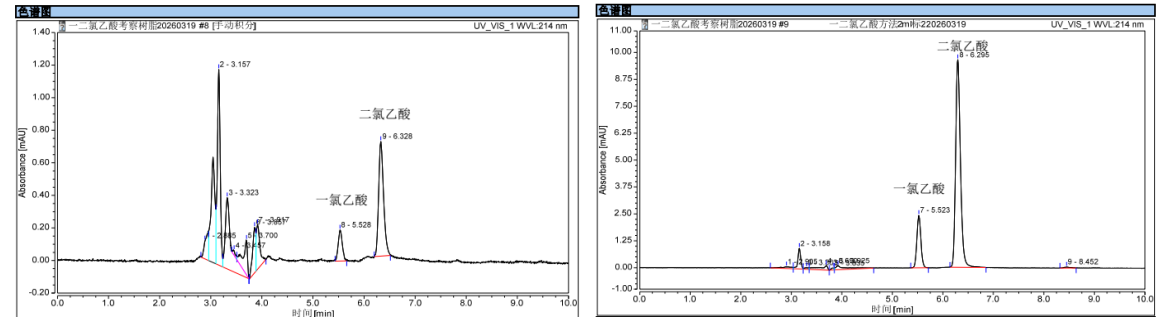
在玻璃分析柱下端收缩部分装入少量玻璃棉，将处理好的强酸性阳离子交换树脂装入玻璃分析柱中，高度约15 cm。设法除去柱中的气泡，先用水洗涤至中性[用广泛pH试纸测定，pH ≈ 7]，再用100 mL乙腈溶液洗涤。

②标液的处理

在200 mL的烧杯分别加入不同体积的标准溶液储备液（一、二氯乙酸浓度均为1000ug/mL），加入约40 mL乙腈溶液，搅拌溶解。

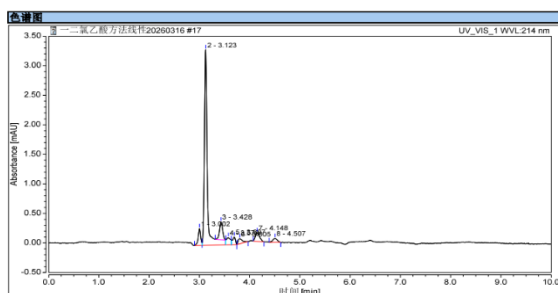
将标品溶液倒入离子交换柱中，控制流出速度为1滴/s，流出液直接接入100 mL容量瓶中。用适量乙腈溶液洗涤烧杯，洗涤液加入离子交换柱中，再继续加入乙腈溶液，直至流出液达到容量瓶刻度停止，摇匀。用0.2 μm样品过滤头过滤该样品溶液后，注射20 μL，进行色谱分析。

结果如下：

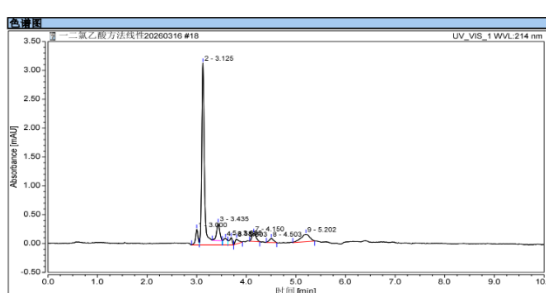


未经树脂处理的一二氯乙酸色谱图（1ug/mL）

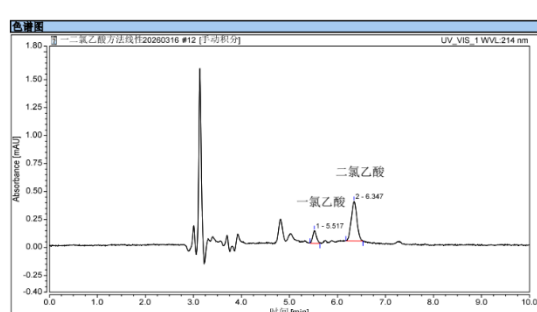
未经树脂处理的一二氯乙酸色谱图（20 ug/mL）



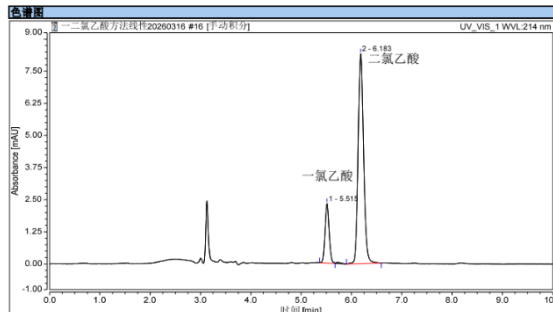
标样（1ug/mL）过国药树脂后色谱图



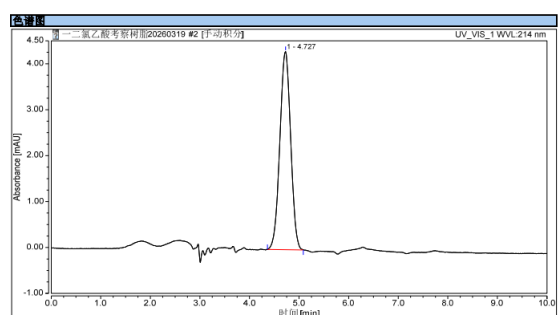
标样（20ug/mL）过国药树脂后色谱图



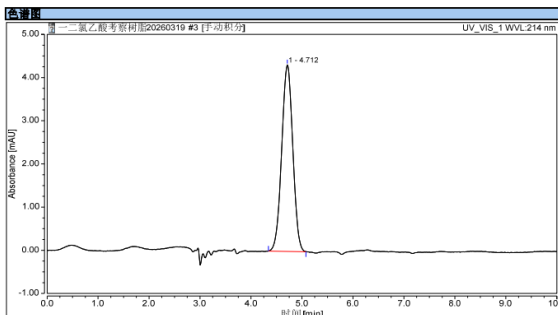
标样（1ug/mL）过天津科密欧树脂后色谱图



标样（20ug/mL）过天津科密欧树脂后色谱图



标样（1ug/mL）过上海罗门哈斯树脂后色谱图



标样（20ug/mL）过上海罗门哈斯树脂后色谱图

标样经国药树脂、上海罗门哈斯树脂处理后，一氯乙酸色谱峰和二氯乙酸色谱峰均未检测到，两种树脂将一氯乙酸、二氯乙酸两种物质都吸附上了，未洗脱下来。标品经天津科密欧阳离子树脂洗脱后，一氯乙酸色谱峰、二氯乙酸色谱峰都存在，接下来对一氯乙酸高、低两个浓度进行了加标回收率验证。

分别移取0.1 mL、2.0 mL标准储备液于200 mL烧杯中，加入约40 mL10%乙腈水溶液，搅拌溶解，将溶液倒入离子交换柱中，控制流出速度为1滴/秒，流出液直接接入100mL容量瓶中，用适量10%乙腈水溶液洗涤烧杯，洗涤液加入离子交换柱中，再继续加入10%乙腈水溶液，直至流出液达到容量瓶刻度停止，摇匀。用0.2 μ m样品过滤头过滤该标准品溶液后，进样20 μ L，进行色谱分析。计算一氯乙酸、二氯乙酸回收率，回收率满足要求时，可使用该阳离子树脂处理甜菜碱样品。

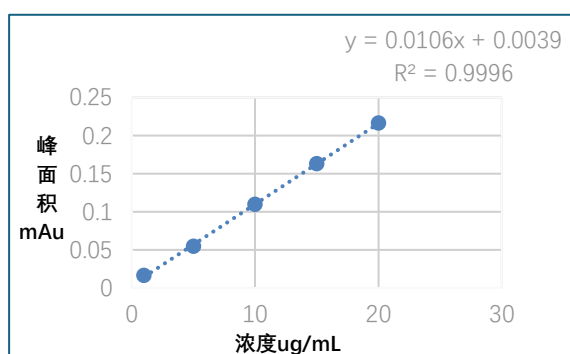
经天津科密欧阳离子树脂处理的一氯乙酸加标回收率

加标浓度（ug/mL）	测得值（ug/mL）	回收率%	平均回收率%
1.0	1.05	104.72	95.28
	0.95	95.28	
	1.05	104.72	
	0.95	95.28	
	0.86	85.85	
	0.95	95.28	
	0.86	85.85	

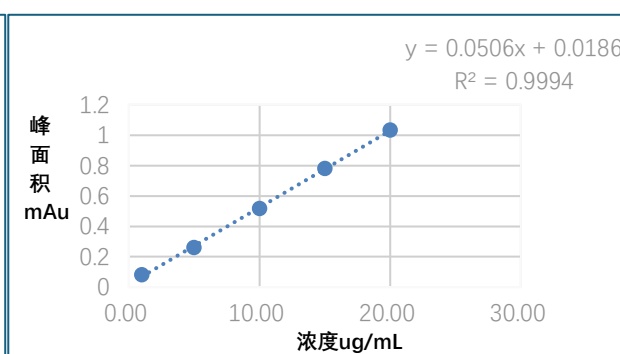
20	20.20	95.91	98.92
	20.86	99.04	
	20.48	97.25	
	20.58	97.70	
	20.58	97.70	
	21.90	103.97	
	21.24	100.83	

经天津科密欧阳离子树脂处理的一氯乙酸加标回收率

加标浓度 (ug/mL)	测得值 (ug/mL)	回收率%	平均回收率%
1.0	1.23	108.46	92.16
	1.21	106.72	
	1.19	104.98	
	1.17	103.25	
	1.21	106.72	
	1.15	101.51	
	1.13	99.77	
20	21.31	93.72	98.92
	21.35	93.90	
	20.52	90.25	
	21.00	92.33	
	20.48	90.07	
	20.52	90.25	
	21.51	94.59	



一氯乙酸工作曲线

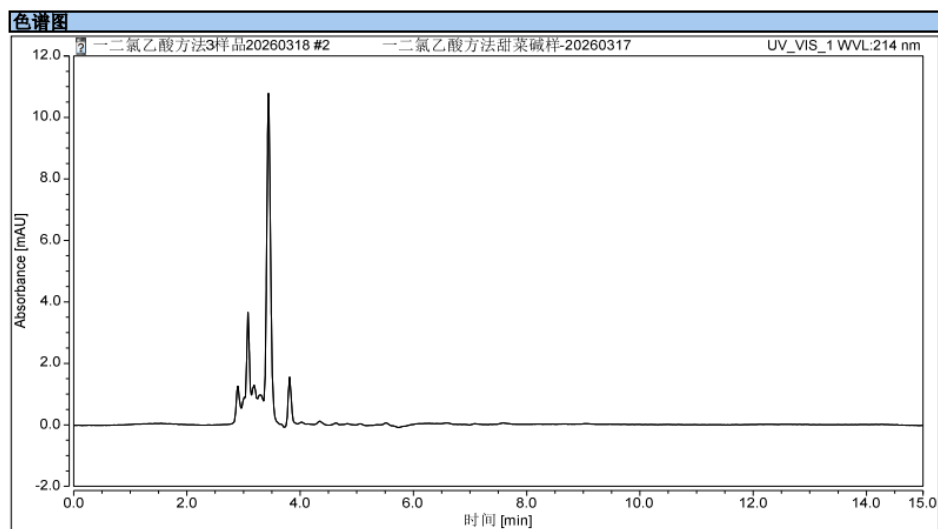


二氯乙酸工作曲线

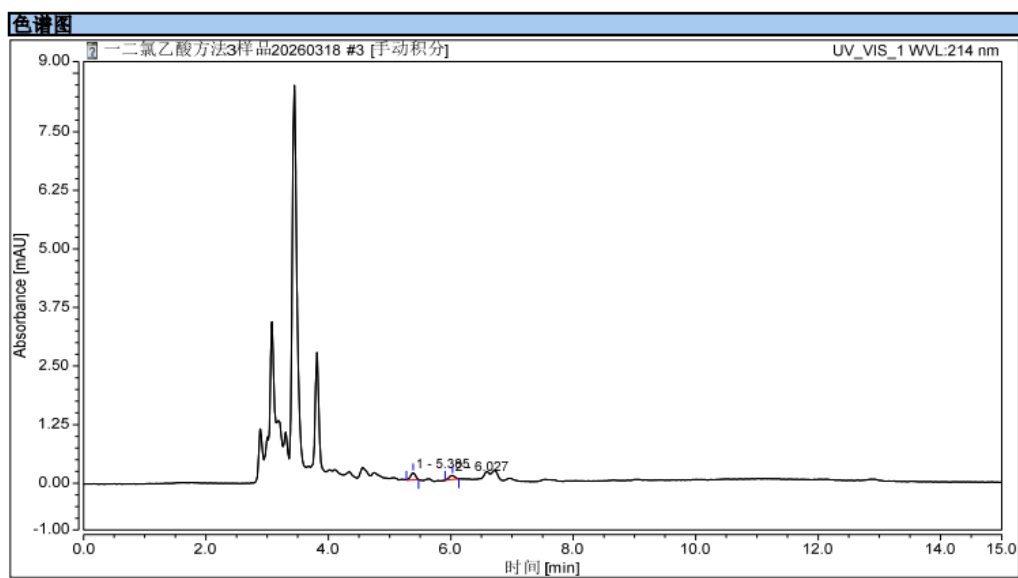
结论：选择树脂时标准样品的加标回收率满足相关浓度加标回收率要求，方可使用该树脂处理样品。

③样品处理

用200 mL的烧杯称量甜菜碱样品约 5g (称准至0.001 g)，加入约40 mL乙腈溶液 (A.2.5)，搅拌溶解。将样品溶液倒入离子交换柱中，控制流出速度为1滴/s，流出液直接接入100 mL容量瓶中。用适量乙腈溶液洗涤烧杯，洗涤液加入离子交换柱中，再继续加入乙腈溶液，直至流出液达到容量瓶刻度停止，摇匀。用0.2 μm样品过滤头过滤该样品溶液后，注射20 μL，进行色谱分析。



甜菜碱样品未经天津科密欧阳离子树脂后色谱图



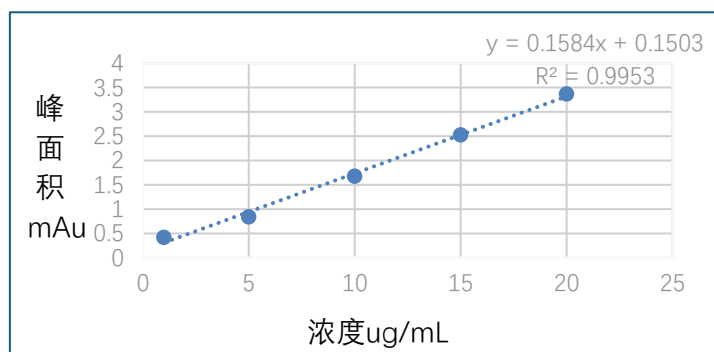
甜菜碱样品经天津科密欧阳离子树脂后色谱图

甜菜碱样品未经树脂处理时未测得一、二氯乙酸，反之排除干扰测得目标物。

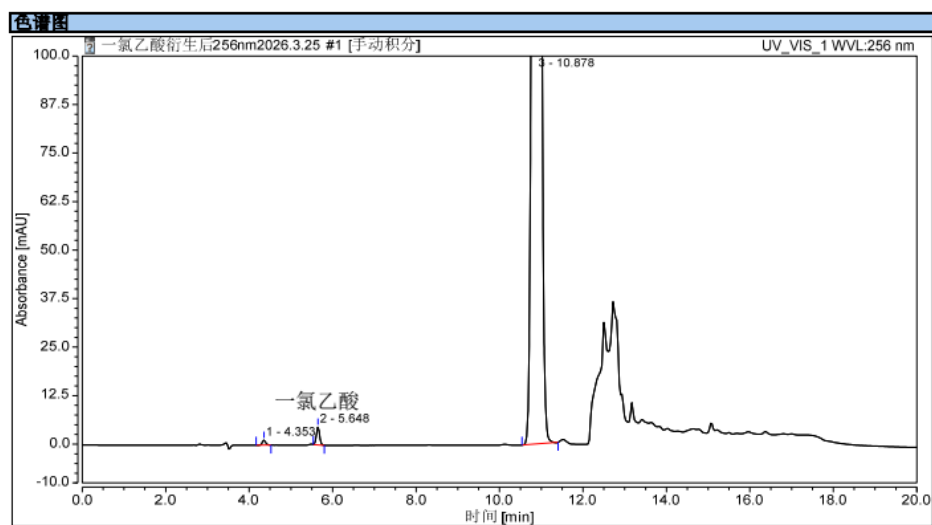
b) 衍生化方法验证：

①标品的衍生化

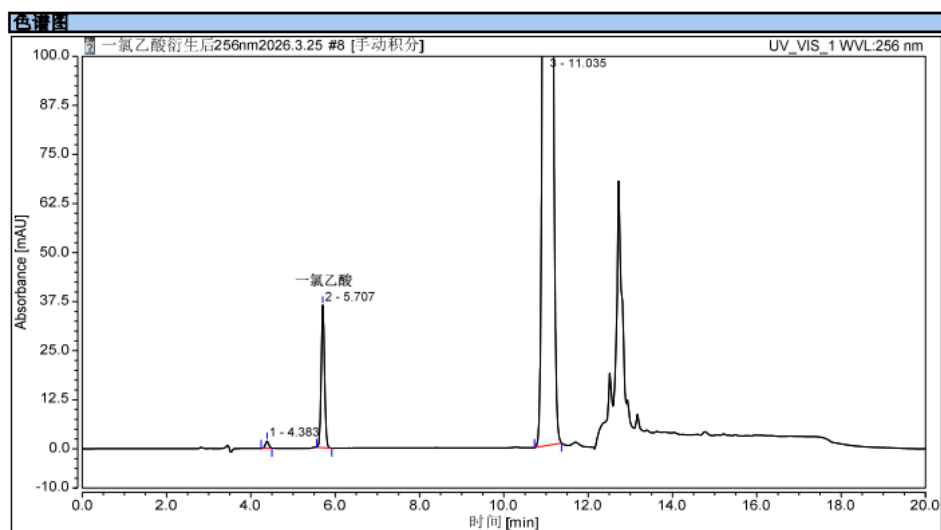
标品衍生化后工作曲线，衍生化后标准工作曲线线性良好。



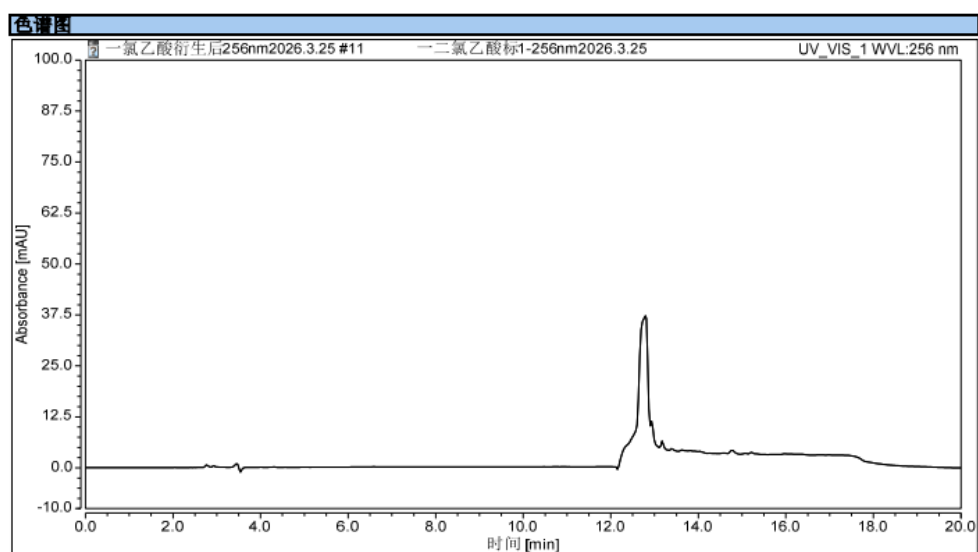
一氯乙酸衍生化后工作曲线



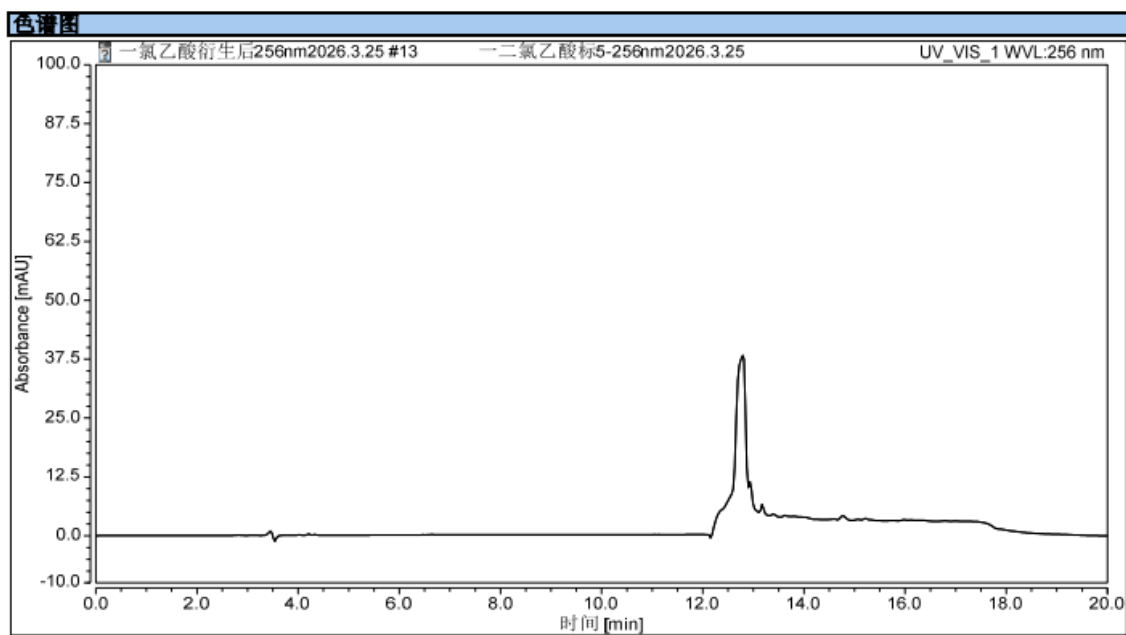
1 ug/mL 标品衍生化后 256nm 色谱图



20 ug/mL 标品衍生化后 256nm 色谱图

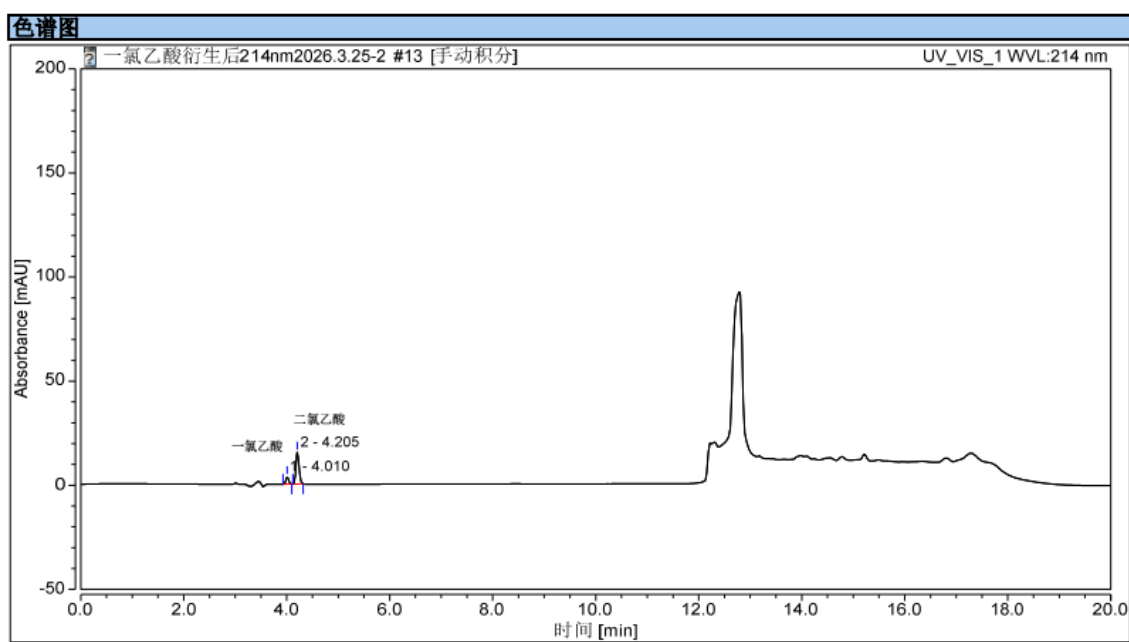


1 ug/mL 标品未衍生化后 256nm 色谱图

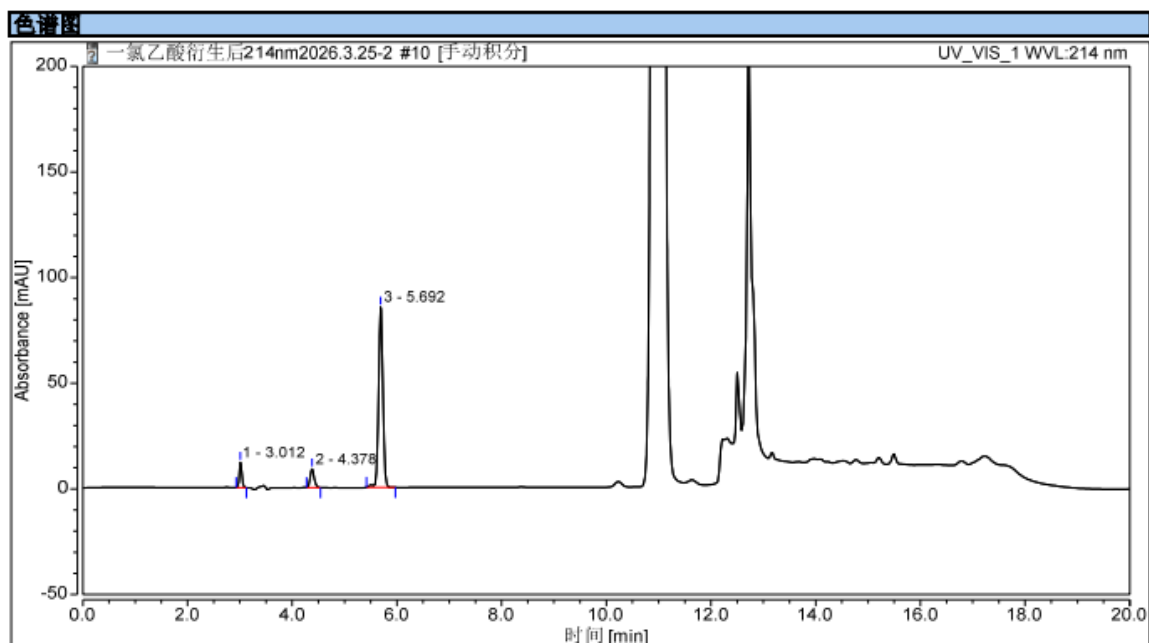


20 ug/mL 标品未衍生化后 256nm 色谱图

未衍生化的标品在 256nm 未见色谱峰，衍生化后保留时间 5.7 分钟处出现随浓度增加而峰面积增加的色谱峰，说明衍生化后 256nm 保留时间 5.7 分钟处出现吸收峰且峰面积较 214nm 的一氯乙酸吸收峰大十多倍。

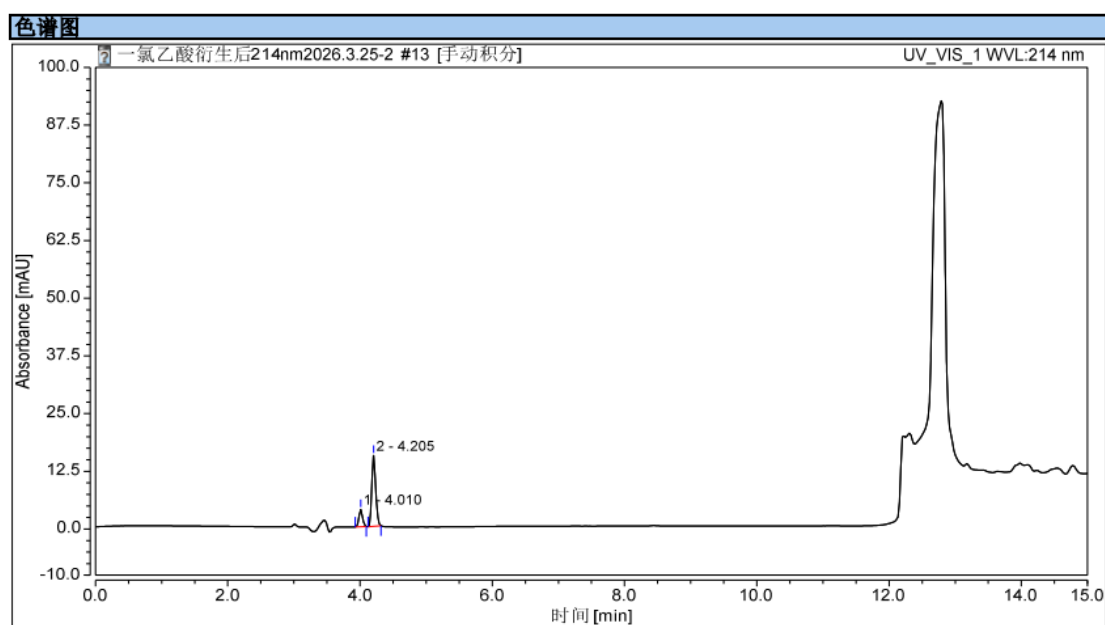


一氯乙酸在 214nm 色谱图

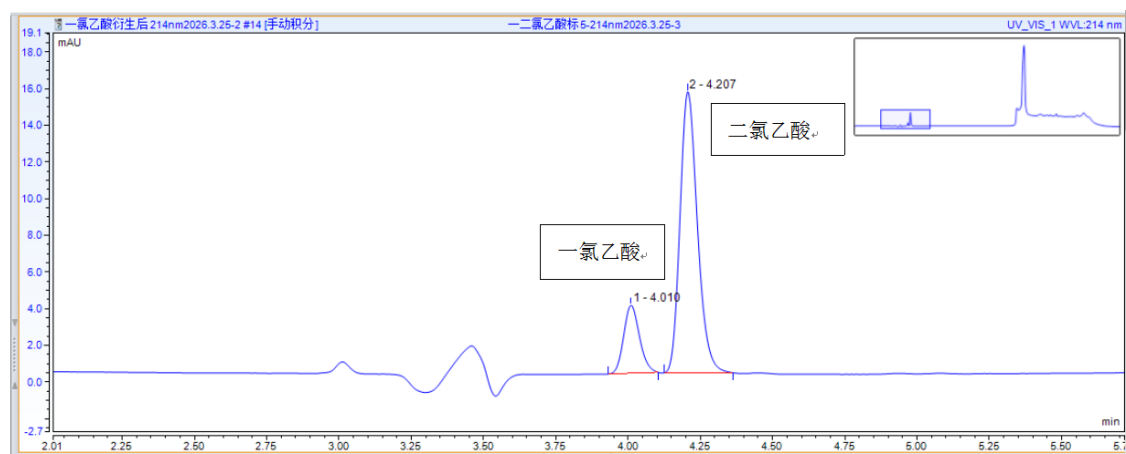


衍生化后一氯乙酸在 214nm 色谱图

未衍生化一氯乙酸在 214nm 波长保留时间 4.0 分钟，衍生化后一氯乙酸在保留时间 4.0 分钟无色谱峰，说明衍生化完全。



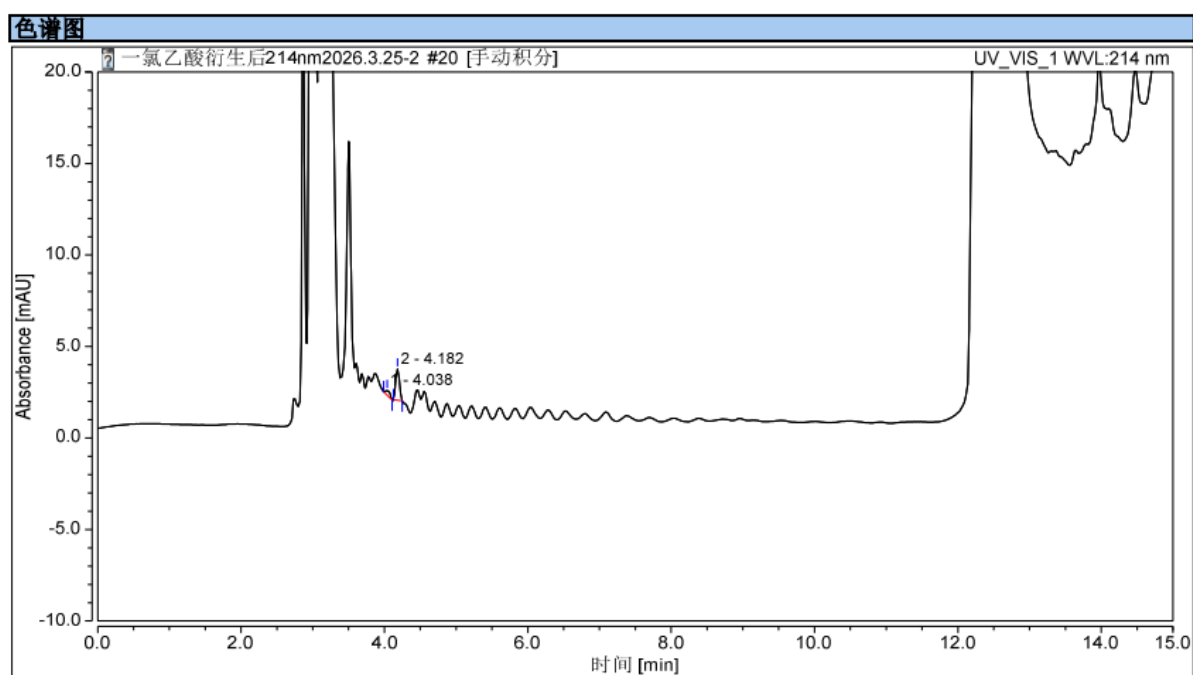
一氯乙酸二氯乙酸标品 214nm 色谱图



一氯乙酸二氯乙酸标品 214nm 放大色谱图

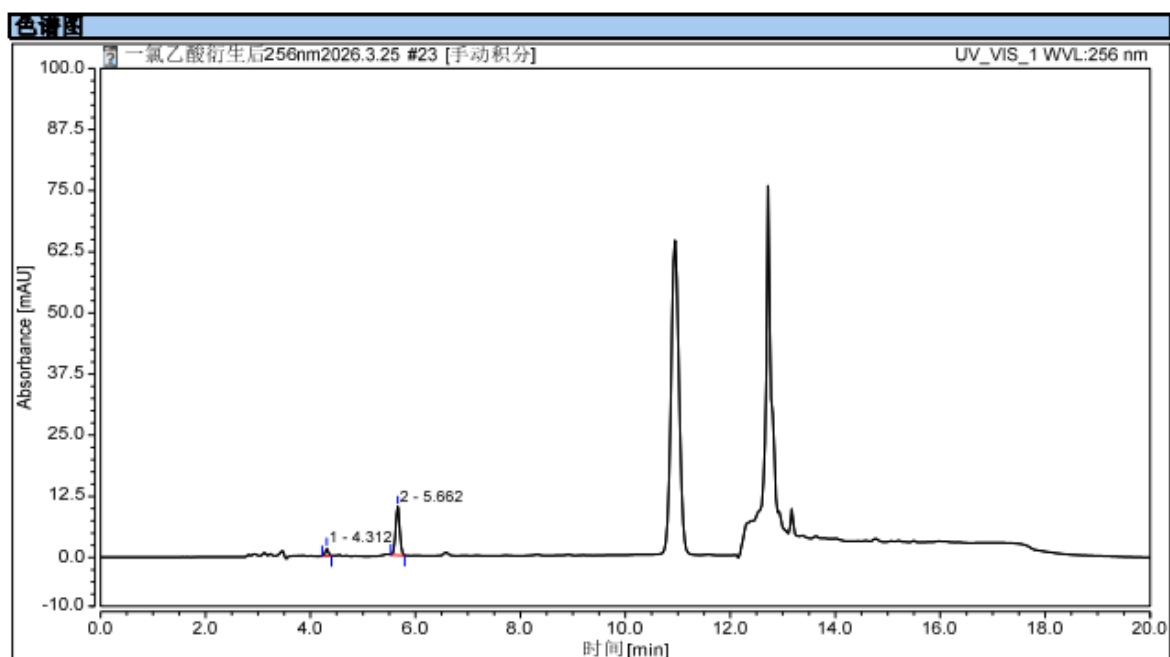
一氯乙酸二氯乙酸标品 214nm 色谱峰保留时间分别为 4.0 和 4.2 分钟。

②样品衍生化



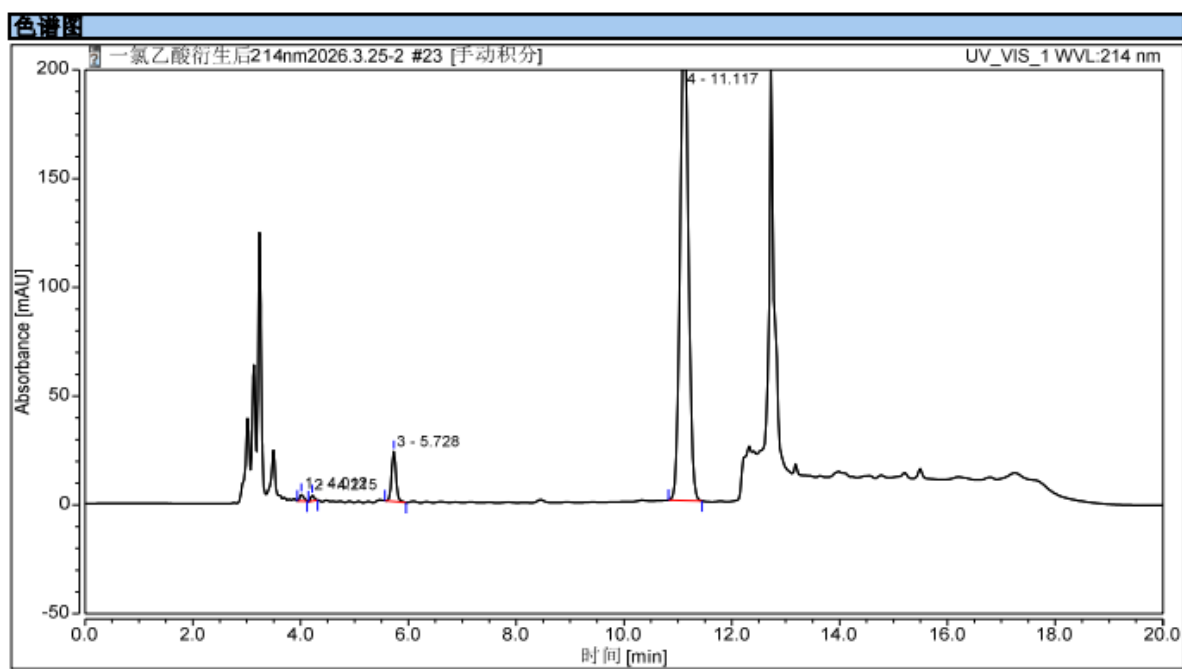
AEC-6H 样品未衍生化 214nm 色谱图

AEC-6H 样品未衍生化时 214nm 波长保留时间 4.0 分钟一氯乙酸色谱峰。



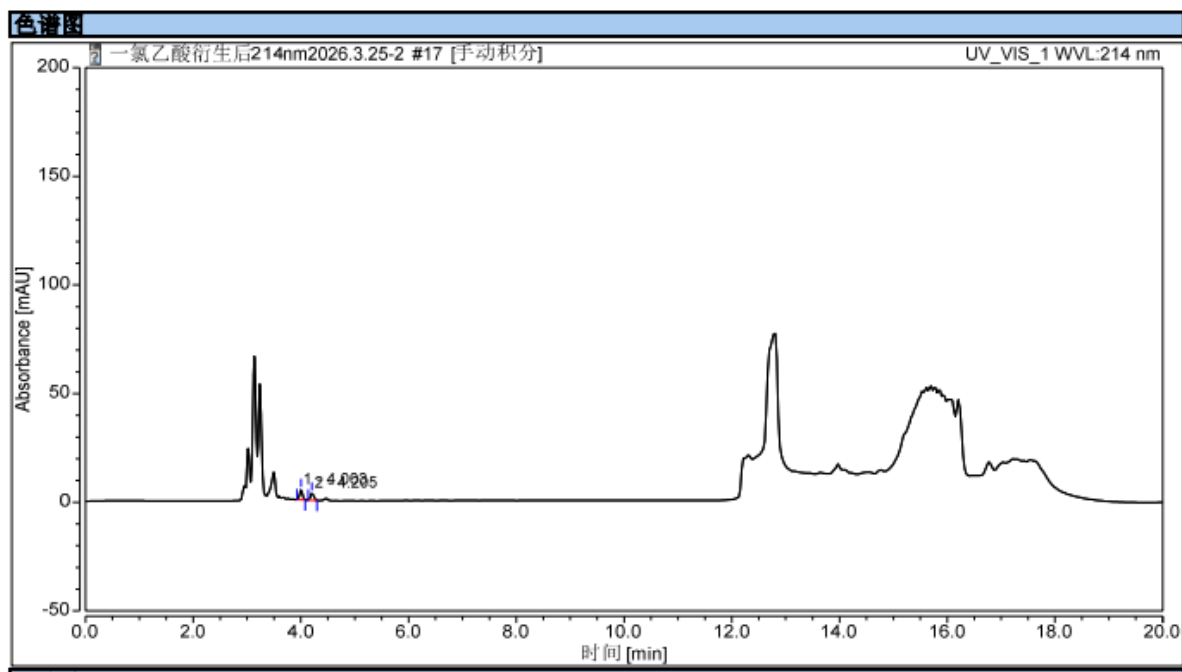
AEC-6H 样品衍生化后 256nm 色谱图

AEC-6H 样品衍生化后 256nm 波长，保留时间 5.7 分钟出现一氯乙酸色谱峰。



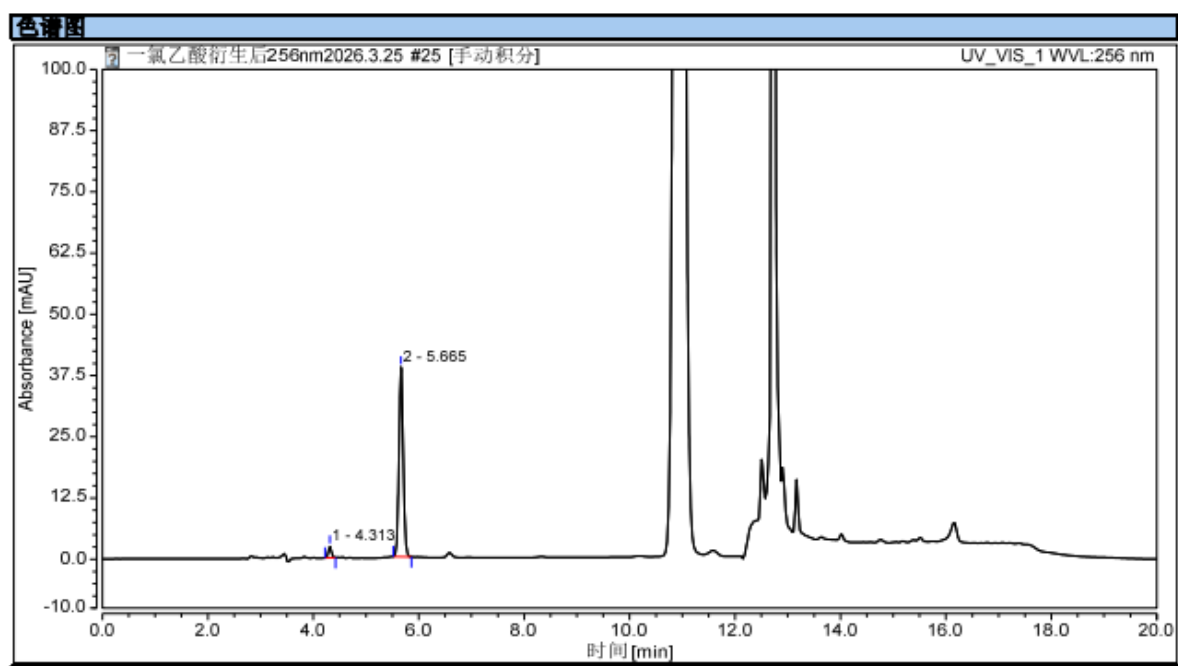
AEC-6H 样品衍生化后 214nm 色谱图

AEC-6H 样品衍生化后，214nm 波长，4.0 分钟仍然能够测得一氯乙酸色谱峰。



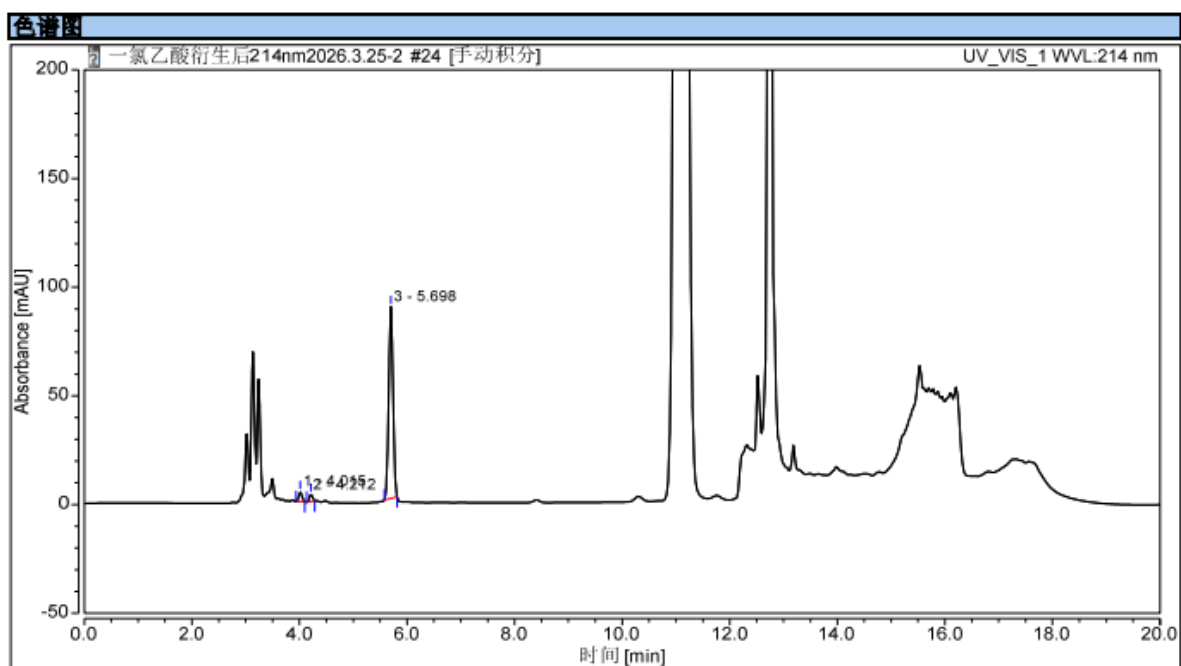
AEC-9H 样品未衍生化 214nm 色谱图

AEC-9H 样品未衍生化时 214nm 波长处，保留时间 4.0 分钟出现一氯乙酸色谱峰。



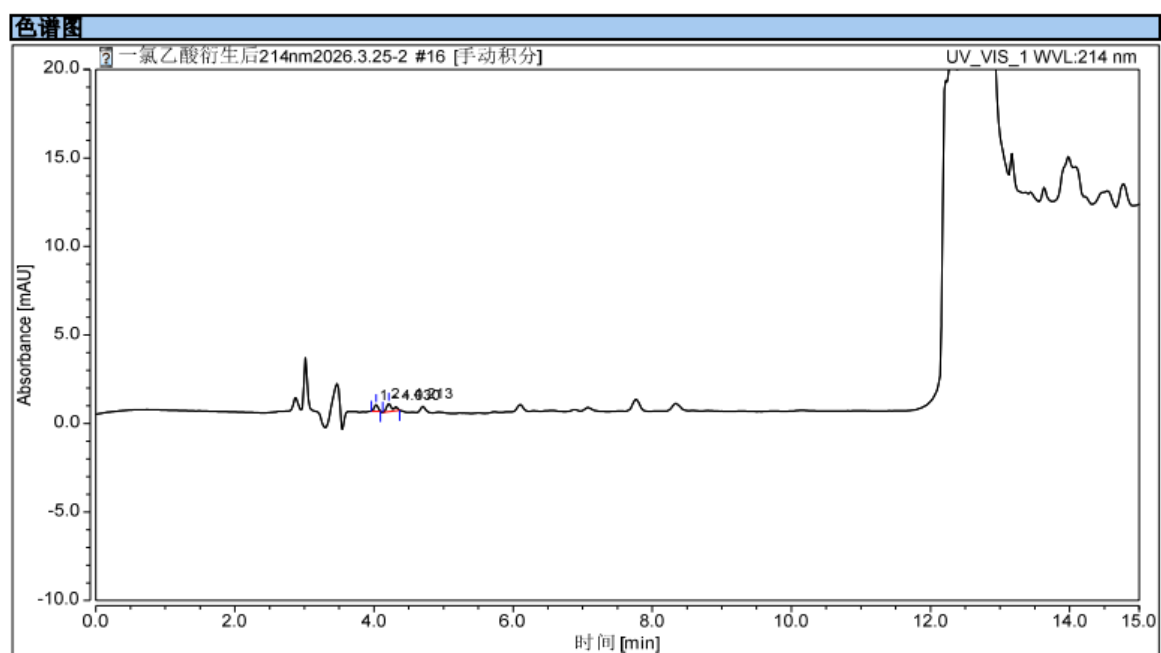
AEC-9H 样品衍生化后 256nm 色谱图

AEC-9H 样品衍生化后 256nm 波长处，保留时间 5.7 分钟出现一氯乙酸色谱峰。



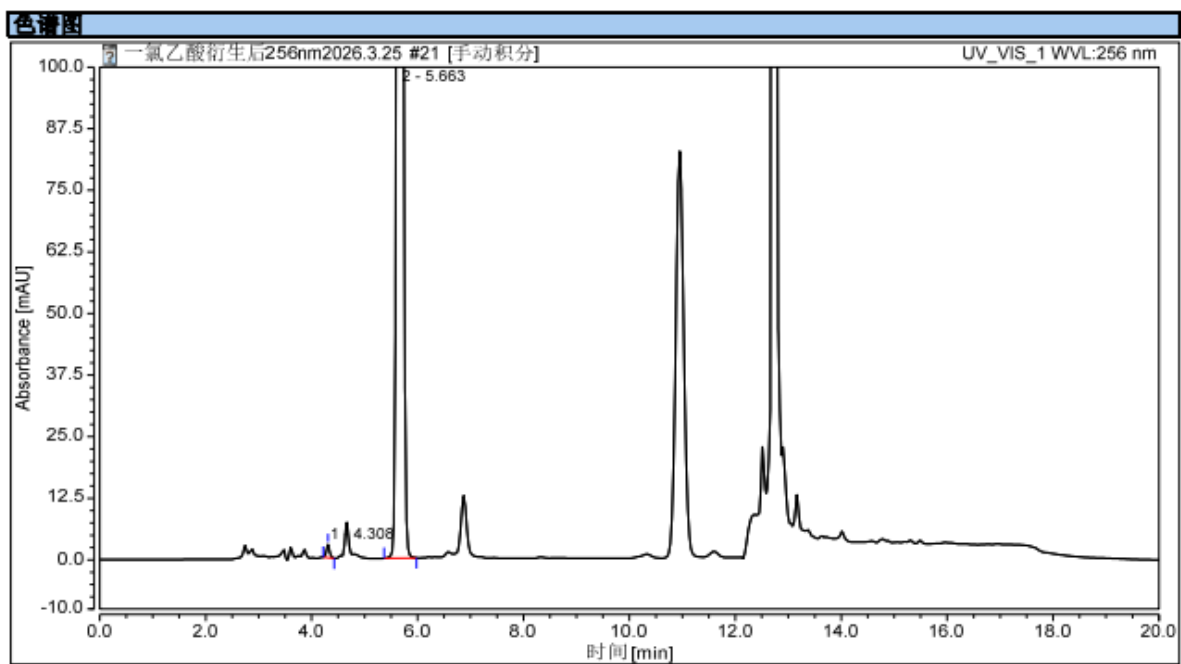
AEC-9H 样品衍生化后 214nm 色谱图

同样，AEC-9H 样品衍生化后，214nm 波长时仍然测得一氯乙酸色谱峰。



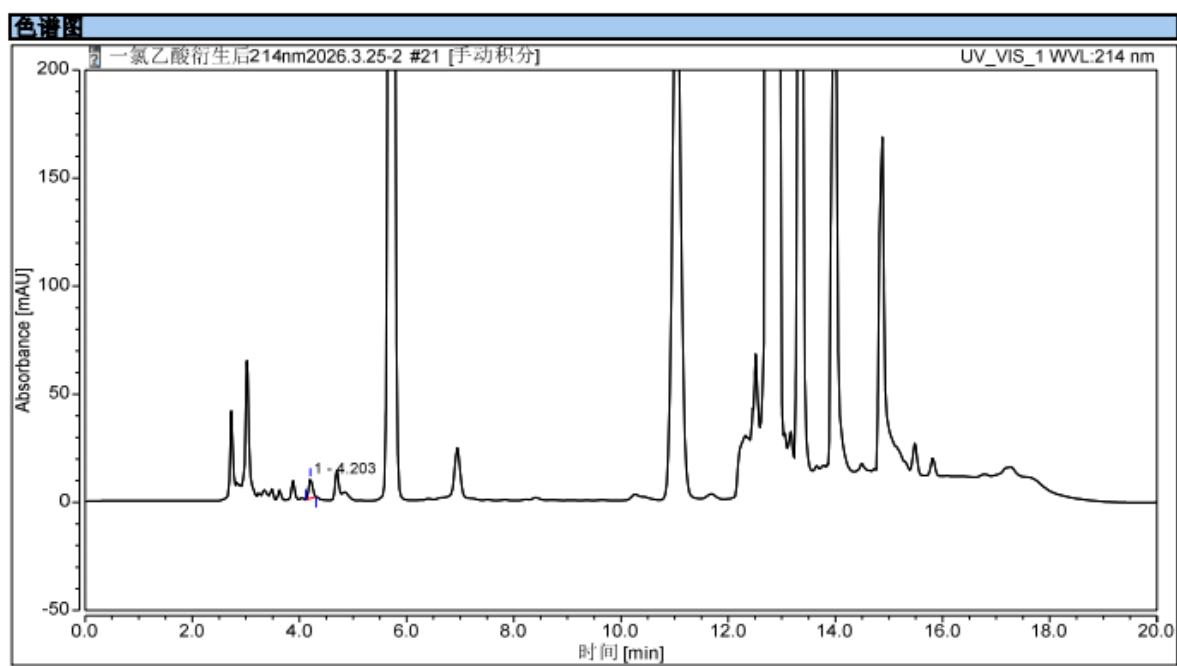
甜菜碱样品未衍生化 214nm 色谱图

甜菜碱样品未衍生 214nm 波长，保留时间 4.0 分钟见一氯乙酸色谱峰。



甜菜碱样品衍生后 256nm 色谱图

甜菜碱样品衍生后 256nm 波长，保留时间 5.7 分钟出现一氯乙酸色谱峰。



甜菜碱样品衍生后 214nm 色谱图

甜菜碱样品衍生后 214nm 波长，保留时间 4.0 分钟出现一氯乙酸色谱峰。

结果显示：标准品衍生化后，按未变更方法测试时，214nm 处保留时间 4.0 测不到一氯乙酸峰，256nm 保留时间 5.7 分钟可测得。而 AEC-6H、AEC-9H、甜菜碱样品衍生化后，在 214nm 处仍能测的一氯乙酸色谱峰，此条件下样品中一氯乙酸未完全衍生。

结论：衍生化法对不同样品的适用性还有待商榷，暂不列入标准测试方法。

c) 液相色谱法一氯乙酸、二氯乙酸检出限

对较低浓度的标准溶液进行 7 次重复测量，计算标准偏差 SD,以 3 倍 SD 作为仪器检出限，测试数据及结果见下表：

测试次数	一氯乙酸		二氯乙酸	
	峰面积 mAu	浓度 ug/mL	峰面积 mAu	浓度 ug/mL
1	0.018	1.330	0.08	1.213
2	0.017	1.236	0.08	1.213
3	0.017	1.236	0.082	1.253
4	0.018	1.330	0.081	1.233
5	0.018	1.330	0.082	1.253
6	0.019	1.425	0.08	1.213
7	0.017	1.236	0.08	1.213
SD		0.071		0.019
检出限 3SD		0.3		0.1

仪器检出限取小数点后一位，一氯乙酸检出限为 0.3 ug/mL，二氯乙酸检出限为 0.1 ug/mL。

四、标准中如果涉及专利

本标准中不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况、对产业发展的作用等情况

本标准的修订过程中做了市场商品的数据调研和大量的实验验证、与生产企业和下游用户进行了充分的讨论。本标准实施后，可以建立一个公正、统一的产品质量评价平台，有利于保护消费者利益，促进市场良性竞争发展。

六、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准未采用国际标准。

本标准水平为国内先进水平。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

本标准发布实施后，代替 GB/T 28193-2011。

十二、其它应予说明的事项

无

标准编制小组
2026 年 4 月

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：表面活性剂中氯乙酸（盐）残留量的测定

起草单位：中国日用化学研究院有限公司等

承办人：公培龙 电话：0351-2029194

共 1 页

2025 年 4 月 12 日填写

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由
1	1	范围中十一烷基咪唑啉羧酸盐与 3.4.3 中烷基咪唑啉羧酸盐不一致 建议：将十一烷基咪唑啉羧酸盐改为烷基咪唑啉羧酸盐	上海发凯	采纳
2	3.4.3	如果样品在流动相中溶解性不足，或出现浑浊的现象，可以调整 pH 值，使样品溶液均匀透明 建议：pH 调整给个范围	上海发凯	未采纳，每个样品调 pH 不一样，只要调整 pH，使样品溶液均匀透明就可以，不便给出范围。另外，进样 20uL，pH 调整对流动相系统影响不大
3	3.4.4	脂肪烷基甜菜碱改为脂肪烷基二甲基甜菜碱 理由：统一要求	广州星业	采纳
4	3.4.3.2	甜菜碱类产品用离子交换柱处理差异大，应做相关验证确认	浙江赞宇	采纳 选取三个厂家的强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂，按标准处理后，分别进行了验证，在标准中增加了对离子交换树脂是否适用的确认方式
5	/	方法检出限未规定，用硫代水杨酸衍生化后测试，可以测试更低浓度的样品，建议增加方法	广州星业	未采纳，采用意见提出单位给出的方法，对甜菜碱、烷基聚乙氧基醚羧酸盐（AEC-6H、AEC-9H）的产品进行测定，样品的衍生化试液在 214nm 处仍可测得一氯乙酸，衍生不完全，样品的衍生化测定结果较不衍生结果偏低

说明：① 发送《征求意见稿》的单位数：86 个；
② 收到《征求意见稿》后回函的单位数：3 个；
③ 收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：3 个；
④ 没有回函的单位数：83 个；
⑤ 提出意见数量：5 条；
⑥ 标准起草单位处理结果：采纳 3 条，未采纳 2 条。