

ICS 71.100.40
Y 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 30795—2014

食品用洗涤剂试验方法 甲醇的测定

The test method of food detergents—Determination of methanol

2014-07-08 发布

2014-10-10 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品用洗涤剂产品标准化技术委员会(SAC/TC 395)归口。

本标准起草单位：中国日用化学工业研究院[国家洗涤剂质量监督检验中心(太原)]、西安开米股份有限公司、石家庄威纳邦日化有限公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心。

本标准主要起草人：严方、强鹏涛、梁红艳、高欢泉。

食品用洗涤剂试验方法

甲醇的测定

1 范围

本标准规定了测定食品用洗涤剂中甲醇含量的试验方法。

本标准适用于食品用洗涤剂中甲醇含量的测定,也适用于非食品用洗涤剂中甲醇含量的测定。

本标准的检出限为 1.2 mg/kg,最低定量检出限 5 mg/kg。

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 原理

试样经预处理后注于气相色谱仪中,各组分由于沸点或极性的不同在色谱柱中进行无限多次的吸附、解析而得到有效分离后分别进入检测器,通过各组分的峰面积计算含量。

4 试剂

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 规定的三级水。

4.1 异丙醇,使用前应在同样的气相色谱条件下验证不含甲醇。

4.2 无水甲醇。

4.3 甲醇标准储备液

称取 10.0 g 无水甲醇(称准至 0.001 g)于 50 mL 烧杯中,加水 20 mL~30 mL,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

4.4 甲醇标准溶液(内标法)

用移液管移取 10.0 mL 甲醇标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。再用移液管取此稀释液 10.0 mL 于 50 mL 烧杯中,准确加入 2.0 mL 异丙醇,充分搅匀后储备于具塞容器中。此标准溶液的甲醇浓度为 1 mg/mL。

注:甲醇标准储备液参考产品指标限量规定进行配制,如甲醇标准储备液配制时称取 20.0 g 无水甲醇,其他程序不变,则所配标准溶液的甲醇浓度应为 2 mg/mL。

4.5 甲醇标准溶液(外标法)

用移液管分别移取 1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10.0 mL 甲醇标准储备溶液于 50 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。该系列甲醇标准溶液浓度为 0.2 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、2.0 mg/mL。

分别将标准溶液 1 μ L~2 μ L 注入色谱仪中测定,以峰面积为纵坐标、溶液浓度为横坐标绘制标准曲线。

5 仪器

5.1 气相色谱仪

色谱柱:内径 3 mm~4 mm,长 2 m~3 m 的不锈钢柱,或毛细管柱,如 DB-FFAP;

固定相:180 μm ~315 μm 的高分子多孔微球,如 PoraPakQ、GDX103 等,或极性固定相,如改性 PEG;

检测器:氢焰离子化检测器;

载气:氮气。

5.2 微型注射器,5 μL 或 10 μL 。

5.3 皂膜流量计。

5.4 容量瓶,50 mL、100 mL、1 L。

5.5 移液管,1 mL、2 mL、5 mL、10 mL。

5.6 烧杯,50 mL。

5.7 比色管,10 mL。

6 程序

6.1 条件设定

6.1.1 填充柱参考条件

进样口温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

柱温:110 $^{\circ}\text{C}$ ~130 $^{\circ}\text{C}$;

检测器温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

载气流速:约 40 mL/min。

6.1.2 毛细管柱参考条件

进样口温度:160 $^{\circ}\text{C}$;

柱温:从 35 $^{\circ}\text{C}$ 起始,第一阶段升温速率 3.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,升至 45 $^{\circ}\text{C}$,第二阶段升温速率 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,升至 160 $^{\circ}\text{C}$;

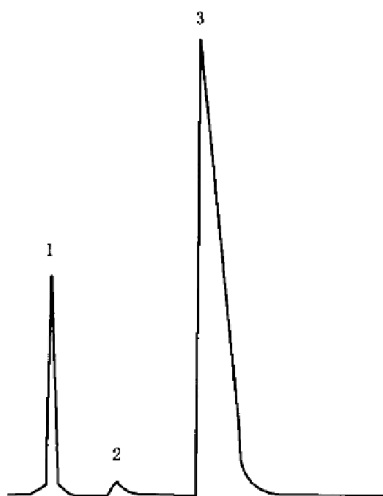
检测器温度:160 $^{\circ}\text{C}$;

载气流速:约 40 mL/min;

分流比:1:20。

6.2 仪器调整

注射 1 μL ~2 μL 标准溶液于色谱仪中,记录图谱。适当调整柱温和载气流速,使甲醇和异丙醇的色谱峰能充分分开(见图 1)。



说明:

1——甲醇;

2——乙醇;

3——异丙醇。

图 1 测定甲醇含量的色谱图例

6.3 试样溶液

a) 适合样品中无异丙醇且能溶解于异丙醇的样品

称取 10.0 g 液体样品或称取 2.0 g 粉体样品(称准至 0.001 g)于 50 mL 烧杯中,若为粉体样品时,先用一定量的水溶解(记录稀释倍数)。然后在称取的样品中准确加入 2.0 mL 异丙醇,充分搅匀。

b) 适合所有样品

称取 5.0 g 液体样品或称取 1.0 g 粉体样品(称准至 0.001 g)于 10 mL 具塞比色管中,用水溶解并定容至 10 mL,取清液测试(必要时离心分离)。

6.4 测定

注射 1 μL ~2 μL 甲醇标准溶液(4.4 或 4.5)和试样溶液(6.3)于色谱仪中,记录图谱(需调节图谱界面的纵坐标,以得到较好的图谱输出)。

7 结果判定和计算

7.1 内标法判定

积分甲醇及异丙醇的峰面积,计算各图谱中甲醇与异丙醇峰面积之比,比较试样溶液与甲醇标准溶液(4.4)的峰面积比值,如试样溶液的比值小于、等于或大于甲醇标准溶液的比值,则判定样品中甲醇含量低于、等于或大于甲醇标准溶液(4.4)的浓度。粉体样品需按稀释比折算。

7.2 外标法计算

以各甲醇标准溶液(4.5)的峰面积为纵坐标、标准溶液中的甲醇含量为横坐标做标准曲线图,从图上查得试样溶液中甲醇的含量。

样品中甲醇的含量 X 以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times d \times 50}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ----- 试样溶液中甲醇的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ----- 试样的质量,单位为克(g);

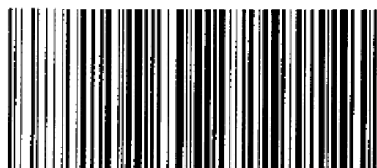
d ----- 稀释倍数。

8 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数平均值的 2.5%,以大于这两个测定值的算数平均值的 2.5%的情况不超过 5%为前提。

9 方法限制

内标法只适用于不含异丙醇的产品测定,含异丙醇的产品应用内标法时应选用其他参照物进行测定或采用外标法测定。



GB/T 30795-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50031

定价: 14.00 元