



中华人民共和国国家标准

GB/T 21842—2008

牙膏中二甘醇的测定

Determination of diethylene glycol in toothpaste

2008-05-05 发布

2008-12-01 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

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国国家标准化管理委员会提出。

本标准由全国食品安全应急标准化工作组归口。

本标准起草单位：江苏省产品质量监督检验研究院（国家化妆品质量监督检验中心）、北京市海淀区产品质量监督检验所（国家食品质量安全监督检验中心）、大连市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：黄晓风、胡建华、常宇文、姜俊、高巍、李伟、李海燕、徐春祥、王峰、周相娟、佟克兴、杨洋、赵玉琪。

本标准系首次发布。

牙膏中二甘醇的测定

1 范围

本标准规定了牙膏中二甘醇的气相色谱和气相色谱-质谱的测定方法。

本标准适用于牙膏中二甘醇含量的测定。

本标准的方法检出限:气相色谱法为 0.05 g/kg,气相色谱-质谱法为 0.03 g/kg。

2 气相色谱法

2.1 原理

样品经过甲醇超声提取、过滤后,以气相色谱-氢火焰离子化检测器进行分离和测定,外标法定量。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇:色谱纯。

2.2.2 二甘醇:纯度 $\geq 99\%$ 。

2.2.3 二甘醇标准储备液:准确称取二甘醇标准品 0.5 g,用甲醇定容至 100 mL。此溶液二甘醇含量为 5 mg/mL,作为储备液。

2.2.4 二甘醇标准工作溶液:取标准储备液,用甲醇配制稀释成浓度为 0.01,0.05,0.10,0.20,0.50,1.00 mg/mL 的标准工作溶液,用于绘制标准曲线。

2.3 仪器设备

2.3.1 气相色谱仪,带氢火焰离子化检测器。

2.3.2 超声波清洗器。

2.3.3 分析天平。

2.3.4 0.45 μm 有机性样品滤膜。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样提取

称取 2 g 样品(精确至 0.01 g),于 25 mL 具塞比色管中,加入 20 mL 甲醇,以玻璃棒间歇搅拌,超声提取 10 min,用甲醇定容至 25 mL,振摇后静置,经 0.45 μm 滤膜过滤后待测。

2.4.2 气相色谱参考条件

2.4.2.1 色谱柱:HP-INNOWAX 石英毛细管柱(30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μm)或其他相当柱效的色谱柱。

2.4.2.2 色谱柱温度:程序升温,140 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min,以每分钟 8 $^{\circ}\text{C}$ 的速度升至 220 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min。

2.4.2.3 载气:氮气,流速 1.5 mL/min。

2.4.2.4 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.4.2.5 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.4.2.6 进样方式:分流进样,分流比为 20:1。

2.4.3 测定

吸取试样液和系列标准工作溶液各 1 μL 注入气相色谱仪,以峰面积或峰高与标准系列比较定量。如试样液响应值超出标准系列响应值,则需将试样稀释适宜倍数后进样。

2.5 计算

二甘醇的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{c \times V \times f}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——二甘醇的含量,单位为克每千克(g/kg);

c ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

f ——试样液稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

2.6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

3 气相色谱-质谱法(GC-MS)

3.1 原理

样品经过有机溶剂甲醇超声提取、过滤后,进入气质联用,采用选择离子监测(SIM)的质谱扫描模式进行定量分析。

3.2 试剂

试剂同2.2。

3.3 仪器设备

3.3.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)。

3.3.2 其余仪器设备同2.3.2、2.3.3、2.3.4。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样提取

同2.4.1。

3.4.2 气相色谱-质谱法参考条件

3.4.2.1 气相色谱柱:HP-5 NOWAX(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或其他相当柱效的色谱柱。

3.4.2.2 柱温:程序升温:初始温度50℃,保持3 min,然后以每分钟20℃的速度升至230℃,保持3 min。

3.4.2.3 载气:氮气,流速1.0 mL/min。

3.4.2.4 进样口温度:250℃。

3.4.2.5 离子源温度:200℃。

3.4.2.6 接口温度:250℃。

3.4.2.7 离子源电压:EI离子源,70 eV。

3.4.2.8 测定方式:选择离子监测(SIM), m/z 45、75 和 76;定量离子, m/z 45。

3.4.2.9 溶剂延迟:5 min。

3.4.2.10 进样方式:分流进样,分流比为20:1。

3.5 测定

吸取试样液和系列标准工作溶液各1 μL注入气质联用仪中,以标样的保留时间和监测离子(m/z 45、75 和 76)定性。待测样品中三个离子(m/z 45、75 和 76)的丰度比不得超过标准溶液的相同离子丰度比的±20%。采用外标法以定量离子(m/z 45)峰面积定量。如试样液响应值超出标准系列响应值,则需将试样稀释适宜倍数后进样。

3.6 计算

同 2.5。

3.7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。



附录 A
(资料性附录)
牙膏中二甘醇的气相色谱图

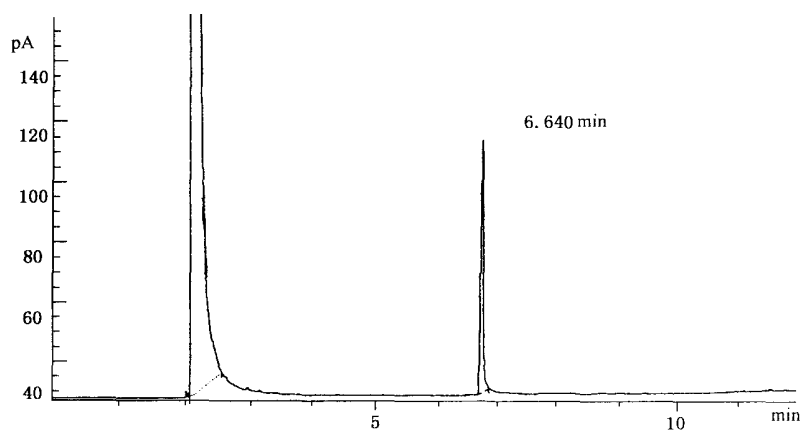


图 A.1 二甘醇的标准色谱图

附录 B
(资料性附录)

牙膏中二甘醇相关气相色谱-质谱的图谱

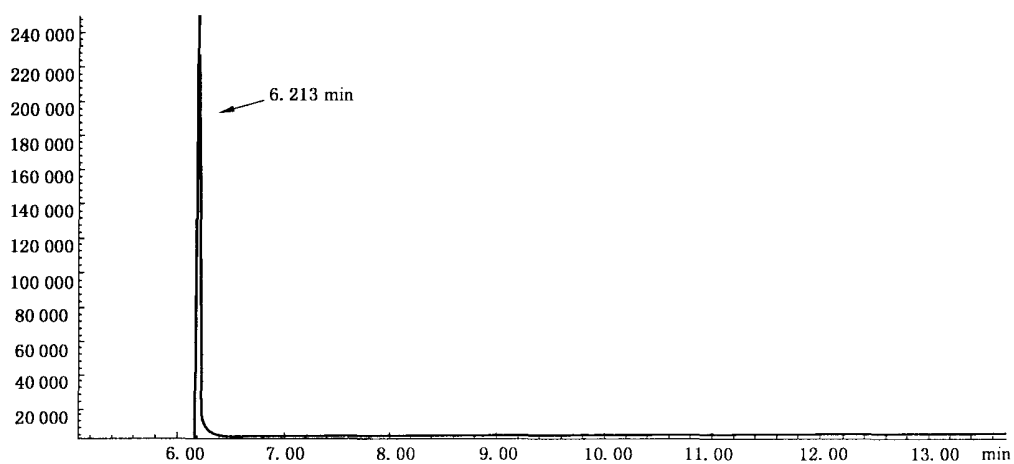


图 B.1 二甘醇的总离子流色谱图

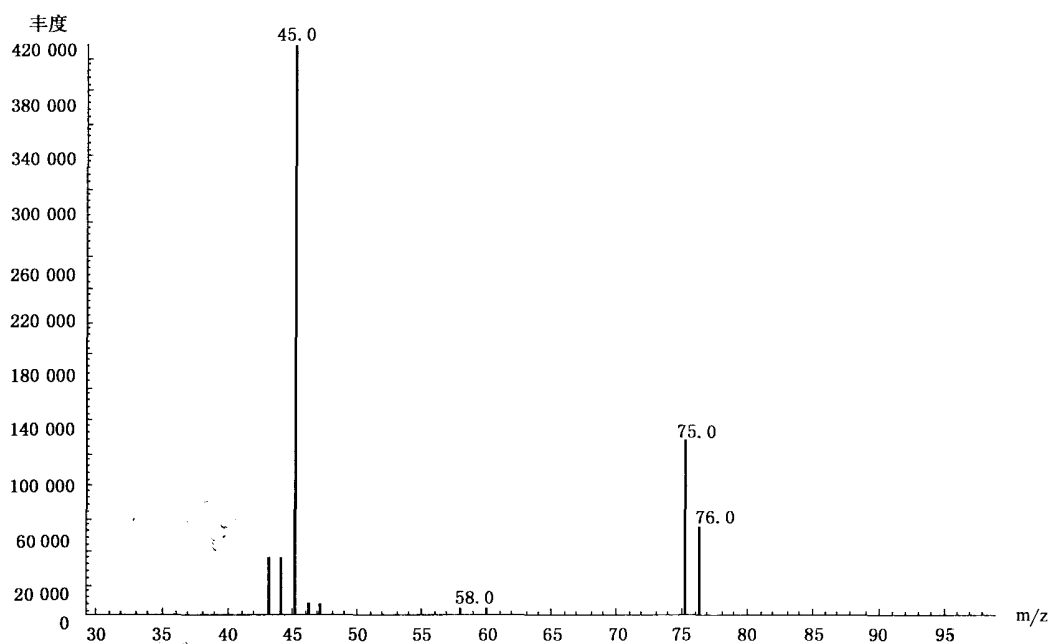


图 B.2 二甘醇的质谱图