



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。