

ICS 71.100.40
Y 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 26388—2011

GB/T 26388—2011

表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法

Determination of dioxane residues in surfactants—
Gas chromatographic method

中华人民共和国
国家标准
表面活性剂中二噁烷残留量的测定
气相色谱法
GB/T 26388—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

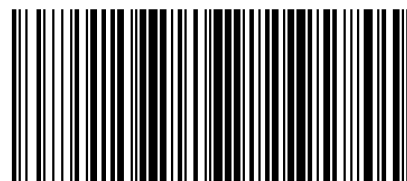
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-43329 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 26388—2011

2011-05-12 发布

2011-09-15 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

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；

\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, $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum y_i$ 。

前 言

本标准是按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》的规则进行编写的。

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这些专利的责任。

本标准修改采用 EN 12974:1999《表面活性剂 用气液色谱/顶空程序测定乙氧基化烷基硫酸盐产品中 1,4-二噁烷的含量》。

本标准在保留 EN 12974:1999 所确定的毛细管柱色谱分析方法的基础上,增加了填充柱色谱的分析方法,以及色谱质量选择检测器的应用,并将 EN 12974:1999 中用于试验溶剂的 N,N -二甲基乙酰胺改为 N,N -二甲基甲酰胺。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会(SAC/TC 272)归口。

本标准起草单位:中国日用化学工业研究院/国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)、浙江赞宇科技股份有限公司、北京洛娃日化有限公司。

本标准主要起草人:姚晨之、刘彦芳、赵建利。

A_1 ——4-甲基-1,3-二噁烷内标物的峰面积。

11 精密度

11.1 重复性

由同一操作者在同一实验室用相同的仪器在短时间内用相同的方法测定同一测试样品,两次独立测试结果之间的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 情况不超过 5%。相对重复性限可以允许为:

- 当样品中 1,4-二噁烷浓度 < 20 mg/kg 时,为 20%;
- 当样品中 1,4-二噁烷浓度 ≥ 20 mg/kg 时,为 15%。

11.2 再现性

由不同操作者在不同实验室用不同的仪器用相同的方法测定同一测试样品,两次独立测试结果之间的绝对差值不超过再现性限 R ,超过再现性限 R 情况不超过 5%。相对再现性限(以 1,4-二噁烷浓度百分比计算)可以允许到 45%。

12 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和所有可能影响结果的附件。

表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准适用于以环氧乙烷为原料生产的表面活性剂,如乙氧基化烷基硫酸盐、聚乙二醇等产品中残留的微量 1,4-二氧六环(1,4-二噁烷)的测定。含此类表面活性剂的个人护理用品亦可参考使用本标准确定的方法,测定所含的 1,4-二氧六环(1,4-二噁烷)。

本标准适用于测定含不低于 5 mg/kg 1,4-二噁烷(采用氢火焰离子化检测器)或 2.5 mg/kg 1,4-二噁烷(采用质量选择检测器)的样品,当 1,4-二噁烷含量超过 100 mg/kg 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 13173—2008 表面活性剂 洗涤剂试验方法

3 原理

在顶空瓶中称量样品,然后加入标准溶液或溶剂。该密封瓶被放入顶空进样仪器中并达到热平衡。蒸汽相中的气体部分用升温程序毛细管柱或填充柱分离,火焰离子检测器、内标法或定量标准加入法被应用。

4 试剂

除非另有说明,分析中仅使用确认的分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

4.1 N,N -二甲基甲酰胺(DMF)。

注:DMF 应该对 1,4-二噁烷和 4-甲基-1,3-二噁烷的峰不产生干扰。

4.2 1,4-二噁烷:纯度 $\geq 98\%$ ($\rho=1.03$ g/mL, 20 °C)。

4.3 4-甲基-1,3-二噁烷:纯度 $\geq 98\%$ ($\rho=0.98$ g/mL, 20 °C),内标物。

5 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

5.1 分析天平,感量 0.1 mg。

5.2 气相色谱仪,带程序升温装置和氢火焰离子化检测器(FID)或质量选择检测器(MSD)。

5.3 顶空进样器。