



中华人民共和国国家标准

GB/T 27580—2011/ISO 14714:1998

精油和芳香萃取物 残留苯含量的测定

Essential oils and aromatic extracts—Determination of residual benzene content

(ISO 14714:1998, IDT)

2011-12-05 发布

2012-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用国际标准 ISO 14714:1998《精油和芳香萃取物 残留苯含量的测定》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 11538—2006《精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法》(ISO 7609:1985, IDT)；

——GB/T 14454.1—2008《香料 试样制备》(ISO 356:1996, MOD)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：上海香料研究所、上海华盛香料有限公司、爱普香料集团股份有限公司。

本标准主要起草人：武晓剑、金其璋、周文勇、胡勇成、李琼、徐易、叶凡、庄伟强。

精油和芳香萃取物 残留苯含量的测定

1 范围

本标准规定了用静态顶空气相色谱法测定精油和芳香萃取物中残留的痕量苯。

本标准适用于对残留苯浓度约为 10×10^{-6} (10 ppm) 样品的分析。

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 11538 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法(ISO 7609:1985, IDT)

GB/T 14454.1 香料 试样制备(ISO 356:1996, MOD)

3 原理

用毛细管柱气相色谱法分析静态顶空蒸汽,既可用火焰离子化检测器也可用质谱仪检测。

用外标法(通过校正)测定残留苯含量。

4 试剂

4.1 参比物质

苯,用气相色谱法测定纯度至少为 99%。

4.2 邻苯二甲酸二乙酯

在测试条件下证实不含痕量苯。

5 仪器

5.1 色谱仪、记录仪和积分仪

按 GB/T 11538 的规定。

5.2 毛细管柱,具有以下特性:

- 柱长:30 m~60 m;
- 内径:0.20 mm~0.50 mm;
- 固定相:推荐使用聚甲基硅氧烷类型。

5.3 火焰离子化检测器或质谱检测器

5.4 顶空取样器,用于顶空蒸汽的进样,由 5.4.1 或 5.4.2 构成。

5.4.1 气体注射系统(手动),具有防漏锁。

5.4.2 自动进样设备。

6 试样制备

按 GB/T 14454.1 的规定。

7 操作条件

7.1 色谱仪操作条件

7.1.1 进样口温度为 150 °C。

7.1.2 色谱炉温度在 40 °C 和 60 °C 之间的某一温度恒温 15 min, 然后快速程序升温, 洗脱出弱挥发性的物质。

7.1.3 火焰离子化检测器温度在 200 °C ~ 250 °C 之间。

7.1.4 载气和辅助气流速按 GB/T 11538 的规定。

7.2 顶空取样器操作条件

7.2.1 将样品温度恒定在 70 °C ~ 75 °C 之间的某一温度。

7.2.2 此温度应至少保持 30 min。

8 定量分析方法

8.1 外部校准曲线

8.1.1 标准溶液的制备

准确称取一定量的苯(精确至 0.000 1 g), 溶于邻苯二甲酸二乙酯(4.2)中, 配制苯的质量分数为 1% 的储备溶液。然后依次稀释, 配制苯的质量分数在 1×10^{-6} ~ 25×10^{-6} (1 ppm ~ 25 ppm) 之间的标准溶液; 例如 25×10^{-6} , 10×10^{-6} , 5×10^{-6} 和 1×10^{-6} (25 ppm, 10 ppm, 5 ppm 和 1 ppm)。

8.1.2 标准溶液气相进样

将试样置于顶空取样瓶(5.4)中, 并满足:

——在所有情况下完全相同(校正和定量分析);

——试样的体积占顶空取样瓶总体积的 1/10 ~ 1/2。

8.1.3 绘制外部校准曲线

将标准溶液的顶空蒸汽连续注射到气相色谱仪中, 记录苯的色谱峰面积。以色谱峰面积作为浓度的函数绘制曲线。

8.1.4 验证外部校准曲线

每次分析前, 通过重新称量制备质量分数在 $0 \sim 25 \times 10^{-6}$ (25 ppm) 之间的苯溶液来验证外部校准曲线。在与绘制外部校准曲线相同的条件下将验证溶液的蒸汽相注射到气相色谱仪中, 得到的点应位于校准曲线上。

否则应绘制新的校准曲线, 进行新的称量和新的验证。

8.2 定量分析

8.2.1 样品制备

置于顶空瓶中的测试样品应与用于制备校准曲线时的完全相同。在含量大于校准曲线范围的情况下,用相同的溶剂进行稀释。

8.2.2 进样

按 8.1.2 规定的方法进行。

8.2.3 残留苯含量测定

读取样品分析时与苯对应的色谱峰面积,根据 8.1 绘制的校准曲线,并考虑样品的任何稀释情况,确定苯含量。

若使用质谱仪,分析方法相同。至少在离子峰为 78 处进行校准和定量分析,肉眼观察色谱图中苯的保留范围。

注:若苯的分离和鉴定有问题,推荐使用质谱检测器。

9 精确度

9.1 实验室间的比对试验

1991 年组织了一次有 7 个实验室参加的实验室间比对试验,试验结果参见附录 A。

9.2 重复性

在同一实验室,使用同一台仪器,由同一操作人员按相同的检测方法在短时间内对同一被测材料进行独立的测定,得到的测定结果的偏差超过 6.5% 的情况不超过 5%。

9.3 再现性

在不同实验室,使用不同的仪器,由不同的操作人员按相同的检测方法,对同一被测材料进行独立的测定,得到的两次测定结果的偏差超过 13.5% 的情况不超过 5%。

10 试验报告

按 GB/T 11538 的规定。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间的测试结果

表 A.1 实验室间的测试结果 数值宜×10⁻³(ppm)

测定次数	实 验 室						
	1	2	3	4	5	6*	7
7	9.52	10.20	9.60	10.00	9.20	9.50	10.40
7	9.97	10.30	9.60	11.00	9.90	10.40	10.20
6	10.13	10.30	9.20	10.80	9.30		10.30
6	10.16	10.00	9.20	11.10	9.90		10.10
5	10.58	10.40	8.80	10.40			10.40
5	10.58	10.10	9.20	11.30			9.90
5	9.68	10.60	9.00	11.00			9.60
5	9.54	10.60	8.80	10.00			10.30
4		10.60	8.70	10.50			10.20
2			8.80				9.80
1			9.20				
1			9.20				
54							
结果							
最小值:	9.52	10.00	8.70	10.00	9.20	9.50	9.60
最大值:	10.58	10.60	9.60	11.30	9.90	10.40	10.40
平均值:	10.02	10.34	9.11	10.68	9.58	9.95	10.12
最小偏差:	0.50	0.34	0.41	0.68	0.38	0.45	0.52
最大偏差:	0.56	0.26	0.49	0.62	0.32	0.45	0.28
最大相对偏差:	5.59%	3.33%	5.40%	6.35%	3.92%	4.52%	4.14%
变异系数:	0.18	0.05	0.09	0.23	0.14	0.41	0.07
重现性标准偏差:	0.42	0.22	0.30	0.48	0.38	0.64	0.27
最小值:8.70 最大值:11.30 平均值:9.95 最小偏差:1.25=12.55% 最大偏差:1.35=13.58% 变异系数:0.41 重现性标准偏差:0.64							
* 显示的数值是 7 次测试的最大值与最小值。							
