



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4389—2015

生活用纸中乙二醛含量的测定 分光光度法

Determination of the glyoxal content in tissue products—Spectrophotometry

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国从化出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭仁宏、刘卓钦、张瑞、陆瑞强、黎嘉明、冼丽英、周颖红。

生活用纸中乙二醛含量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了生活用纸中乙二醛含量的分光光度检测方法。

本标准适用于生活用纸中乙二醛含量的测定。

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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

GB/T 451.2 纸和纸板定量的测定

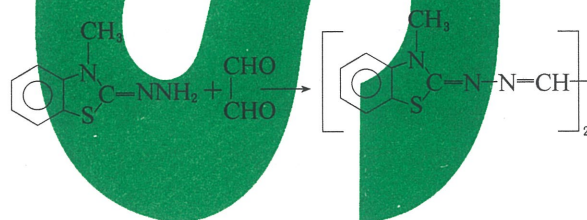
GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

用水萃取待测样品中的乙二醛。乙二醛与 2-亚肼基-2,3-二氢-3-甲基苯并噻唑盐(HMBT)在乙酸溶液中反应生成一种黄色化合物,然后用分光光度法在 405 nm 波长下进行测定。



4 试剂

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,所用水至少达到 GB/T 6682 规定的三级纯度蒸馏水或去离子水的要求。

4.1 2-亚肼基-2,3-二氢-3-甲基苯并噻唑盐(HMBT, $C_8H_{10}ClN_3S$)。

4.2 盐酸羟胺($HONH_2Cl$)。

4.3 甲基红($C_{15}H_{15}N_3O_2$)。

4.4 亚甲基蓝($C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 2H_2O$)。

4.5 乙醇(C_2H_5OH): $\rho=0.87\text{ g/mL}$ 。

4.6 乙酸(CH_3COOH):浓度大于 96%。

4.7 乙二醛($C_2H_2O_2$):约 30%水溶液, $\rho=1.2\text{ g/mL}$ 。

4.8 乙酸溶液(1+1):1 体积乙酸(4.6)用 1 体积水稀释。

4.9 HMBT 溶液:取 0.4 g HMBT(4.1)于 100 mL 容量瓶中,用乙酸溶液(4.8)溶解并定容。有效期一周。

4.10 盐酸羟胺溶液: $c(\text{HONH}_2\text{Cl})=1 \text{ mol/L}$ 。

取 69.5 g 盐酸羟胺(4.2)于 1 000 mL 的容量瓶中,用水溶解并定容。

4.11 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

按照 GB/T 601 规定的方法配制和标定。

4.12 指示剂:向 100 mL 含 0.03%甲基红(4.3)的乙醇(4.5)溶液中加入 15 mL 的 0.1%亚甲基蓝(4.4)水溶液。

5 仪器和材料

5.1 分光光度计。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 烘箱:可在 80 °C 下恒温。

6 抽样

根据 GB/T 450 标准要求进行抽样,样品应包装在铝箔(锡纸)内。

7 样品定量和水分的测定

7.1 定量的测定按照 GB/T 451.2 进行。

7.2 水分的测定按照 GB/T 462 进行。

8 制样

在制样过程中避免皮肤与试样的直接接触,将试样裁切成 $1 \text{ cm}^2 \sim 2 \text{ cm}^2$ 大小。

称取 $(10 \pm 0.1) \text{ g}$ 裁切后的试样(精确至 0.01 g),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 200 mL 水,盖上瓶塞,然后在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下放置 24 h,偶尔晃动。

移取或过滤浸泡液,用水洗涤锥形瓶中的试样两次,将洗涤液并入浸泡液,用水定容至 250 mL,混匀,在 24 h 内进行乙二醛含量的测定(9.2)。

9 实验步骤

9.1 建立标准曲线

9.1.1 称取 30%的乙二醛水溶液(4.7)1 g(精确至 0.1 mg)于 250 mL 锥形烧瓶中,加入 20 mL 的盐酸羟胺溶液(4.10)和 50 mL 水,具塞。30 min 后,加入 3 滴指示剂(4.12),并用氢氧化钠标准滴定溶液(4.11)滴定,溶液由红紫色变为灰蓝色,保持 30 s 不变色视为滴定终点。独立进行两次测定,取其平均值。

空白值的测定方法与上述步骤相同,但不加入乙二醛溶液。

乙二醛的质量分数(%)按式(1)计算:

$$\omega = \frac{a \times c \times 58.016 \times 100}{2 \times m_E \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——乙二醛的质量分数,以%表示;

a ——消耗的氢氧化钠体积减去空白值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_E ——乙二醛水溶液的质量,单位为克(g)。

9.1.2 标准溶液 I:根据 9.1.1 测得的乙二醛质量分数,称取 100 mg 的乙二醛至 100 mL 的容量瓶中,然后定容至刻度并混匀。

9.1.3 标准溶液 II:量取 1 mL 的标准溶液 I (9.1.2)至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,所配制的乙二醛浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

9.1.4 向 6 个 25 mL 的容量瓶中分别加入 0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 和 3.0 mL 的标准溶液 II (9.1.3),其相应的乙二醛含量分别为 5 μg 、10 μg 、15 μg 、20 μg 、25 μg 和 30 μg 。向容量瓶中分别加入 2.5 mL 的 HMBT 溶液(4.9),然后用乙酸溶液(4.8)定容。将定容液转移至锥形瓶中,再将锥形瓶置于 80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中加热 5 min,然后在流动的自来水中冷却 10 min。静置 15 min 后,以空白溶液为参比,对标准溶液用厚度为 1.0 cm 的比色皿在 405 nm 波长下扫描,测量其吸光度 A。

用 10 mL 水代替标准溶液 II,按上述步骤制备空白溶液。

以吸光度 A 为纵坐标,乙二醛的质量(μg)为横坐标绘制直角坐标曲线,即为乙二醛质量-吸光度标准曲线。

9.2 乙二醛含量的测定

量取制得的萃取液(8)10 mL 置于 25 mL 容量瓶中,按照与 9.1.4 相同的步骤测量萃取液和空白溶液。根据标准曲线和萃取液的吸光度值,计算乙二醛的含量。独立进行两次测定,取其平均值。

10 结果计算

样品中乙二醛的平均含量 C_s 或 C_m 分别按式(2)和式(3)计算:

$$C_s = C \times \frac{V_0}{V_1} \times \frac{b}{100} \times \frac{1}{m} \times \frac{100}{100-f} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$C_m = C \times \frac{V_0}{V_1} \times \frac{1}{m} \times \frac{100}{100-f} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C_s ——样品中可溶性乙二醛的平均含量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

C_m ——样品中可溶性乙二醛的平均含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C ——从标准曲线上读取的乙二醛质量,单位为毫克(mg);

V_0 ——萃取液的总体积(250 mL),单位为毫升(mL);

V_1 ——量取的萃取液体积(10.0 mL),单位为毫升(mL);

b ——样品的定量,单位为克每平方米(g/m^2);

m ——样品的质量,单位为克(g);

f ——样品的水分含量,以%表示。

结果保留两位有效数字或保留两位小数。

11 测定低限

本方法的测定低限为 0.60 mg/kg 。

12 精密度

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对值不得超过其算术平均值的 10%。实验室间的精密度参见附录 A。

13 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本行业标准编号;
- b) 样品的种类和对样品的描述;
- c) 平行测定的次数;
- d) 样品的定量,单位为克每平方米(g/m^2);
- e) 乙二醛的含量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2),包括单个值和平均值;
- f) 乙二醛的含量,单位为毫克每千克(mg/kg),包括单个值和平均值;
- g) 对本标准的偏离;
- h) 检测日期。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间精密度

向 10 g 生活用纸样品中分别添加 6 μg ~500 μg 乙二醛进行加标试验。每种元素加标 3 个水平,每个加标水平结果由 9 个独立的实验室给出,结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间精密度

标准差	精密度值
重复性标准差 S_r	$S_r=0.031\ 6m-0.400\ 1$
再现性标准差 S_R	$S_R=0.065\ 6m-1.577\ 6$

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
生活用纸中乙二醛含量的测定
分光光度法

SN/T 4389—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

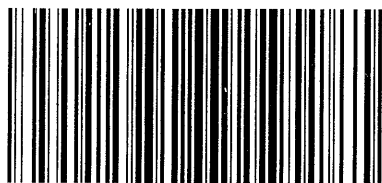
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2016 年 8 月第一版 2016 年 8 月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 • 2-30379 定价 16.00 元



SN/T 4389-2015