

ICS 01.040.85
Y32

DB43

湖 南 省 地 方 标 准

DB43/T 1656—2019

湿巾中丙二醇含量的测定 气相色谱-质谱 联用法（GC-MS）

Determination of Propylene glycol in the Wet towel with GC-MS

2019 - 09 - 16 发布

2019 - 12 - 16 实施

湖南省市场监督管理局 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂 1

5 仪器 1

6 分析步骤 2

7 结果计算 3

8 精密度 3

9 试验报告 3

附录 A（资料性附录） 1,2-丙二醇、1,3-丙二醇定量和定性选择离子表 4

附录 B（资料性附录） 1,2-丙二醇、1,3-丙二醇标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图 5

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则编写。

本标准的附录为资料性附录。

本标准起草单位：常德市产商品质量监督检验所/国家生活用纸质量监督检验中心。本标准主要起草人：彭小悦、郭盛、孙华、罗云鹰、张乐华、张哲铭。

本标准由湖南省生活用纸标准化技术委员会归口。

本标准为首次发布。

湿巾中丙二醇含量的测定 气相色谱-质谱联用法（GC-MS）

1 范围

本标准规定了湿巾中丙二醇含量的气相色谱-质谱联用（GC-MS）测定方法。

本标准适用于湿巾中丙二醇含量的测定。

本标准中1,2-丙二醇的检出限为0.15mg/kg；1,3-丙二醇的检出限为0.20mg/kg。

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，仅所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 27728-2011 湿巾

3 原理

试样用丙酮提取，提取液离心过滤后，用气相色谱-质谱联用法（GC-MS）进行测定，采用特征选择离子监测扫描模式（SIM），用化合物的保留时间和特征碎片的质荷比定性，外标法定量。

4 试剂

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。本标准并未指出所有可能存在的安全问题，使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯，水为GB/T6682规定的二级水。

4.1 丙酮

4.2 丙二醇标准品：1,2-丙二醇（纯度≥99.0%）、1,3-丙二醇（纯度≥98.5%）

4.3 标准储备液：称取 4.2 中各标准品（精确至 0.05 g），用无水乙醇溶解并配制成 200mg/L 的单标储备液，于 4 ± 2 °C 冰箱中避光保存。

4.4 标准工作液：分别将 1,2-丙二醇、1,3-丙二醇标准储备液用无水乙醇稀释至浓度为 5.0, 10.0, 20.0, 40.0, 50.0 mg/L 的标准系列溶液待用。

5 仪器

5.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）：EI 源；

5.2 离心机：转速不低于 4000 r/min；

5.3 超声波发生器：工作频率 40 kHz；

5.4 旋涡混合器；

- 5.5 离心管：50 mL；
- 5.6 分析天平：感量 0.1 mg；
- 5.7 玻璃器皿。

6 分析步骤

6.1 试样处理

将试样剪碎至1 mm×1mm大小，准确称取2.00 g，精确至0.1 mg，置于离心管中。往离心管中准确加入20.0 mL丙酮溶液，旋涡混匀2min后置于超声波中超声1 h，于4000 r/min离心5 min；取上清液，用0.45μm有机相滤膜过滤，所得滤液进行色谱分析。

6.2 空白试验

除不加样品外，其他步骤与6.1相同。

6.3 测定

6.3.1 色谱条件

色谱柱：Rtx-wax弹性石英毛细管色谱柱（30.0 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm）或相当型号色谱柱；

进样口温度：230 °C；

升温程序：起始温度80 °C，保持1min，以20 °C/min的速率升温至160 °C，保持2 min，再以15 °C/min

的速率升温至230 °C，保持10 min；
载气：高纯氮（纯度≥99.999%），恒流模式，柱流速1 mL/min；

进样方式：分流进样；分流比：10:1

进样量：1 μL

6.3.2 质谱条件

电离方式：电子轰击源（EI）；

电离能量：70 eV；

EI离子源温度：230 °C；

色谱与质谱接口温度：250 °C；

四极杆温度：150 °C；

溶剂延迟时间：4 min；

监测方式：选择离子监测扫描模式（SIM）。

6.4 定性分析

进行试样测定时，如果试样待测液和标准品的选择离子峰在相同保留时间处（±0.5%）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准样品相一致，其丰度比与标准品的丰度比应符合：相对丰度>50%，允许±10%偏差；相对丰度在20%~50%时，允许±15%偏差；相对丰度10%~20%时，允许±20%偏差；相对丰度≤10%时，允许±50%偏差，此时可定性确证目标分析物。1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇的保留时间、定性离子和定量离子参见附录A。1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录B。

6.5 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以1,2-丙二醇、1,3-丙二醇的标准溶液浓度为横坐标，各自的定量离子的峰面积为纵坐标，作标准曲线线性回归方程，以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

7 结果计算

样品中1,2-丙二醇、1,3-丙二醇的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(C_i - C_0) \times V \times K}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X——试样中1,2-丙二醇、1,3-丙二醇的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 - C_i——试样中1,2-丙二醇、1,3-丙二醇面积对应的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 - C₀——空白试样中1,2-丙二醇、1,3-丙二醇的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 - V——试样定容体积，单位为毫升（mL）；
 - K——稀释倍数；
 - m——试样质量，单位为克（g）。
- 计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

本标准在重复性条件下获得两次独立测量的结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

9 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 本标准编号；
- b) 试样的名称及试样的识别信息；
- c) 试验中 GC-MS 的条件；
- d) 1,2-丙二醇、1,3-丙二醇的测试结果；
- e) 测试日期；
- f) 偏离本标准的其他事项。

附 录 A
(资料性附录)

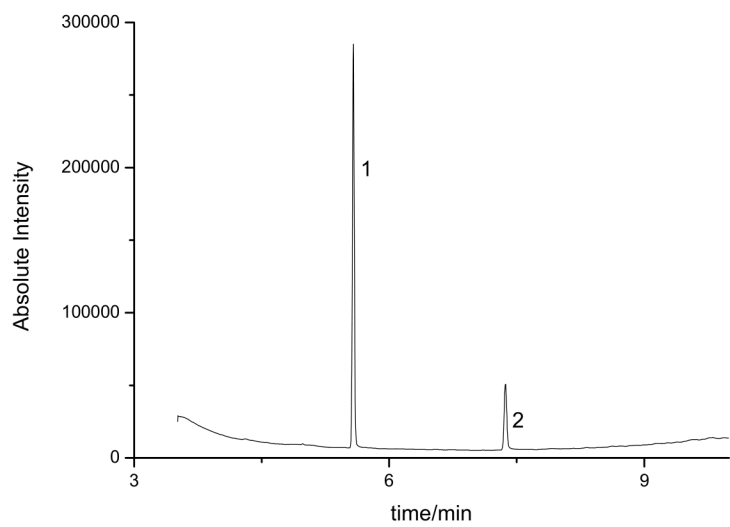
1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇定量和定性选择离子表

表A.1 1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇定量和定性选择离子表

序号	中文名称	保留时间 /min	定性离子及其丰度比	定量 离子	辅助定量 离子
1	1, 2-丙二醇	5.600	45:43:29 (100:81:7)	45	43
2	1, 3-丙二醇	7.395	57:58:28 (100:28:6)	57	58

附 录 B
(资料性附录)

1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图



注：出峰顺序依次为：1,2-丙二醇、1, 3-丙二醇。

图B.1 1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图