



中华人民共和国国家标准

GB/T 30796—2014

食品用洗涤剂试验方法 甲醛的测定

The test method of food detergents—Determination of formaldehyde

2014-07-08 发布

2014-11-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品用洗涤消毒产品标准化技术委员会(SAC/TC 395)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)]、西安开米股份有限公司、石家庄威纳邦日化有限公司、邹平福海集团(有限)公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心。

本标准主要起草人:樊平、严方、贺春良、梁红艳、郑建强、强鹏涛、王娜、毛锦生。

食品用洗涤剂试验方法

甲醛的测定

1 范围

本标准规定了测定食品用洗涤剂中甲醛含量的试验方法。

本标准适用于食品用洗涤剂中甲醛含量的测定,也适用于非食品用洗涤剂中甲醛含量的测定。若洗涤剂中存在有甲醛给予体,则测定结果为可能生成的总的甲醛含量。

定量测定方法的检出限为 $0.7 \mu\text{g}$,最低定量检出限为 $3 \mu\text{g}$ 。称取 1 g 样品试验时,其方法的检出限为 $0.7 \mu\text{g/g}$,最低定量检出限为 $3 \mu\text{g/g}$ 。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

QB/T 2739 洗涤用品常用试验方法 滴定分析(容量分析)用试验溶液的制备

3 限量试验

3.1 原理

在硫酸介质中,品红亚硫酸钠与游离甲醛作用生成无色化合物,接着失去与碳原子结合的磺酸基分子而形成醌型结构的化合物,使希夫试剂(品红试剂或 Schiff's 试剂)变为粉色或紫红色。

3.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

3.2.1 品红。

3.2.2 七水合亚硫酸钠。

3.2.3 盐酸,密度 $d=1.19$ 。

3.2.4 硫酸, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$,量取 60 mL 浓硫酸,在搅拌的情况下缓缓注入 $1\,000 \text{ mL}$ 水中,冷却,摇匀。

3.2.5 希夫试剂(品红试剂或 Schiff's 试剂),称取 100 mg 品红于烧杯中,加入 75 mL 80°C 的热水,溶解。冷却后,加入 2.5 g 七水合亚硫酸钠和 4 mL 盐酸(3.2.3),稀释至 100 mL ,移入棕色瓶中,放置过夜。此溶液保质期一般为两周,使用时应为无色。

3.3 测定

称取 2 g 试样(称准至 0.001 g)于 10 mL 烧杯中,加 2 滴硫酸(3.2.4)和 2 mL 希夫试剂(3.2.5),摇

匀,室温下放置 5 min。

如果在 5 min 内溶液出现粉色或紫红色,表明样品中甲醛含量超过 0.01%,应使用定量试验方法进行测定。

4 定量试验

4.1 原理

在醋酸铵存在下,甲醛与 2,4-戊基二酮(乙酰丙酮)反应生成 3,5-二乙酰基-1,4 二氢卢替啶(3,5-二乙酰基-1,4 二氢二甲醛吡啶)黄色络合物,在波长 410 nm 处用分光光度法测定吸光度。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2.1 2,4-戊基二酮(乙酰丙酮),在约 200 mL 水中溶解 75 g 无水醋酸铵,加入 1.0 mL 2,4-戊基二酮(乙酰丙酮)和 1.5 mL 冰醋酸,用水稀释至 500 mL 后,混匀。

注:该试剂临用前配制。

4.2.2 参比试剂,按 4.2.1 制备,但不加 2,4-戊基二酮。

4.2.3 碘标准溶液, $c(1/2 I_2)=0.1 \text{ mol/L}$,按 QB/T 2739 配制和标定。

4.2.4 氢氧化钠, $c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$,按 QB/T 2739 配制。

4.2.5 盐酸, $c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$,按 QB/T 2739 配制。

4.2.6 硫代硫酸钠标准溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$,按 QB/T 2739 配制和标定。

4.2.7 淀粉指示剂,10 g/L 水溶液,按 QB/T 2739 配制。

4.2.8 冰乙酸。

4.2.9 甲醛,37%~40%。

储存方法:水溶液密封、避光、在 16 °C 以上的温度处保存,低温处不宜久贮。

4.2.10 乙酸铵。

4.2.11 异丙醇。

4.2.12 甲醛贮备溶液,称取 37%~40%的甲醛(4.2.9)约 5 g(称准至 0.001 g),定量转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,此溶液在冰箱中可保存两月。

标定方法:移取 10.0 mL 上述溶液至 250 mL 碘量瓶中,加入 25.0 mL 碘标准溶液(4.2.3)和 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.4),加塞混匀,于暗处放置 5 min,加入 11 mL 盐酸溶液(4.2.5),然后用硫代硫酸钠标准溶液(4.2.6)滴定过量碘,溶液呈浅黄色时,加入 1 mL 新配制的淀粉指示剂(4.2.7),继续用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液蓝色刚好褪去。记录消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积(V)。同时滴定试剂空白,记录消耗硫代硫酸钠的体积(V_0)。

注:1.0 mL 的 0.100 0 mol/L 碘标准溶液相当于 1.5 mg 的甲醛。

4.2.13 甲醛工作溶液,移取 20.0 mL 甲醛贮备溶液(4.2.12)至 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。再移取此溶液 5.0 mL 至 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。1.0 mL 此溶液约含 8 μg 甲醛。

甲醛工作溶液的浓度 c 以 $\mu\text{g/mL}$ 表示,按式(1)计算:

$$c = \left[\frac{25.0 \times c_1}{0.1000} - \frac{(V - V_0) \times c_2}{0.1000} \right] \times 0.6 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c_1 ——碘标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——滴定甲醛贮备溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.6 ——1.0 mL 的 0.100 0 mol/L 碘标准溶液相当于 1.5 mg 的甲醛,测定时与碘标准溶液反应的甲醛以质量浓度(μg/mL)表示时的换算系数,即为 $1.5 \times 1\,000 \times (20/100) \times (5/250) / 10 = 0.6$ 。

注：亦可使用已知浓度的有证标准物质,按比例稀释至“1.0 mL 溶液中含 8 μg 甲醛”的工作溶液。

4.3 仪器

- 4.3.1 水浴锅,可控制温度在(60±1)℃。
- 4.3.2 分光光度计,波长范围 360 nm~800 nm,配有 10 mm 比色池。
- 4.3.3 容量瓶,50 mL,100 mL,250 mL,500 mL,1 000 mL。

4.4 步骤

4.4.1 试样溶液

参考表 1 称取适量试样(称准至 0.001 g)于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水,搅拌溶解,定量转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,为 A 溶液。
移取 10 mL A 溶液至 50 mL 容量瓶中,加入 15.0 mL 2,4-戊基二酮试剂(4.2.1),补水至总体积为 40 mL。

表 1 称取试验份的质量

甲醛含量/%(质量分数)	称取试验份的质量/g
0.1	1.0
0.05	2.5
0.025	5.0
0.01	10.0

4.4.2 参比溶液

试样溶液背景颜色的干扰可通过使用参比溶液扣除。若试样无颜色干扰,不必制备此溶液。
移取 10 mL A 溶液和 15 mL 参比试剂(4.2.2)至 50 mL 容量瓶中,加水至总体积为 40 mL。

4.4.3 空白溶液

移取 15 mL 2,4-戊二酮试剂(4.2.1)至 50 mL 容量瓶中,加水至总体积为 40 mL。

4.4.4 标准曲线

分别定量移取 0.1 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 甲醛工作溶液(4.2.13)至 50 mL 容量瓶中,加 15.0 mL 2,4-戊基二酮试剂(4.2.1),再补水至 40 mL,混匀。置于(60±1)℃水浴中反应10min,取出冷却至室温,用异丙醇定容,混匀。用10mm比色池,用空白溶液调零,于波长

GB/T 30796—2014

410 nm处测定溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标,甲醛质量 $A(\mu\text{g})$ 为横坐标绘制标准曲线。

4.4.5 测定

将试样溶液、参比溶液和空白溶液摇匀后,放入 $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ 水浴中加热 10 min,冷却。用异丙醇 (4.2.11) 定容,混匀。在波长 410 nm 处,用 10 mm 比色池,若试样溶液有背景颜色干扰时,则以参比溶液为参比,测定试样溶液的吸光度;若试样溶液无背景颜色干扰时,则以空白溶液为参比,测定试样溶液的吸光度,从标准曲线上查得试样溶液中甲醛的质量。

4.5 结果计算

样品中甲醛的含量 X 以 mg/kg 表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{10A}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m —— 试验份的质量,单位为克(g);

A —— 标准曲线上查得试样溶液中甲醛的质量,单位为微克(μg)。

4.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的 2.5%,以大于这两个测定值的算数平均值的 2.5% 的情况不超过 5% 为前提。



GB/T 30796-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-50028

定价: 14.00 元