

ICS: 71.040
分类号: G15

T/GDCDC

广东省日化商会团体标准

T/GDCDC 0XX-20XX

聚甘油肪酸酯中脂肪酸甲酯检测方法

QMETHOD FOR DETERMINATION OF POLYGLYCEROL ESTERS BY FATTY ACID METHYL
ESTER

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

广东省日化商会 发布

前 言

本标准按GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》起草。

本文件的发布机构提请注意,声明符合本文件时,可能涉及到“检测聚甘油脂肪酸酯的方法(专利号:CN202010495041.8)”相关的专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺承诺,他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下,就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得:

专利持有人姓名:佛山市银美联合科技有限公司;

地址:广东省佛山市顺德区勒流镇新启工业区发展南路3号;

请注意除上述专利外,本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由广东省日化商会提出和归口。

本标准起草单位:。

本标准主要起草人:。

本标准于20XX年XX月首次发布。

聚甘油脂肪酸酯中脂肪酸甲酯检测方法

1 范围

本标准规定了聚甘油脂肪酸酯中脂肪酸甲酯检测方法的原理、试验方法、结果和精确度。

本方法适用于聚甘油脂肪酸酯中脂肪酸的碳原子数不大于22,聚甘油的聚合度不大于10的聚甘油脂肪酸酯中脂肪酸甲酯检测方法。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

聚甘油脂肪酸酯溶解于丁酮中,在热的氢氧化钾甲醇溶液中进行水解并发生酯基转移反应,生成脂肪酸甲酯。脂肪酸甲酯使用正庚烷萃取。以FID为检测器,气相色谱法测定。定性方法为标液中脂肪酸甲酯的保留时间法。

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准除另有规定外,在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂,试验中所需的标准滴定液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T603的规定制备,实验室用水应符合GB/T 6682中三级水的规格。

5.2 仪器

聚甘油脂肪酸酯的脂肪酸甲酯检测方法所需仪器如下:

- 试管: 50mL, 具磨品玻璃塞;
- 恒温水浴锅 (98 ± 2) °C;
- 分析天平, 精确至 0.1mg;
- 移液管: 1ml、2ml 和 25mL;
- 容量瓶: 25mL;

T/GDCDC OXX-2020

- 称量瓶；
- 烘箱；
- 干燥器；
- 气相色谱仪：带 FID 检测器；
- 色谱柱：极性毛细管柱 30m×0.32mm×1.0um 或者分离度相似的色谱柱；
- 固定相：AT.FFAP。

5.3 试剂

聚甘油脂肪酸酯中脂肪酸甲酯检测所需试剂如下：

- 氢氧化钾甲醇溶液：2mol/L；
- 丁酮（AR 级）；
- 正庚烷（AR 级）；
- 甲醇（AR 级）；
- 脂肪酸甲酯标准品（分析标准品，纯度≥99%）；
- 蒸馏水。

5.4 试剂及标准溶液配制

5.4.1 氢氧化钾甲醇溶液：

称取11.2 g氢氧化钾与烧杯中，用20ml的99.5%甲醇混匀后移入100ml容量瓶中，最后用甲醇稀释定容至刻度线，放置至澄清后待用。

5.4.2 1%脂肪酸甲酯标准品标准溶液

准确称量脂肪酸甲酯0.25g（精确至0.0001g）于25ml容量瓶中，用适量的甲醇溶液溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀，放置待用。

5.4.3 聚甘油脂肪酸酯甲酯溶液

准确称取聚甘油脂肪酸酯10g（精确至0.0001g）于干燥至恒重的扁形称量瓶，置于（105±1）℃的恒温烘箱中烘3小时，取出置干燥器冷却至室温待用。

5.5 样品前处理

准确称取已干燥的聚甘油脂肪酸酯0.2g（精确至0.0001g）于试管中，用移液管移取1.0mL丁酮溶液，置于恒温水浴锅加热至溶解，取出试管，用移液管移取0.5mL氢氧化钾甲醇溶液后，塞住试管摇匀。于试管中分别用移液管依次加入2mL水和25mL正庚烷，摇匀，静置，待溶液分层（放置到上下层均透明）。

5.6 气相色谱条件

脂肪酸甲酯测定气相色谱条件如下：

- 气相色谱仪，带 FID 检测器；
- 色谱柱：极性毛细管柱 30m×0.32mm×1.0um 或者分离度相似的色谱柱；
- 辅助气体：：空气流量 350mL/分钟，氢气流量 35mL/分钟；
- 流动相载气：氮气；
- 进样口温度：230℃；
- 毛细管柱载气流量 1.5mL/分钟，分流比 20:1；
- 柱箱温度为 120℃（保持 5 分钟），以 20℃/分钟升至 230℃，保持 10 分钟；

- FID 温度为 250℃；
- 进样量：1.0 μ l。

5.7 气相色谱分析

按照5.6气相色谱条件设置，使气相色谱系统获得稳定的基线后，取5.5中样品上层溶液进样检测。

6 结果判断

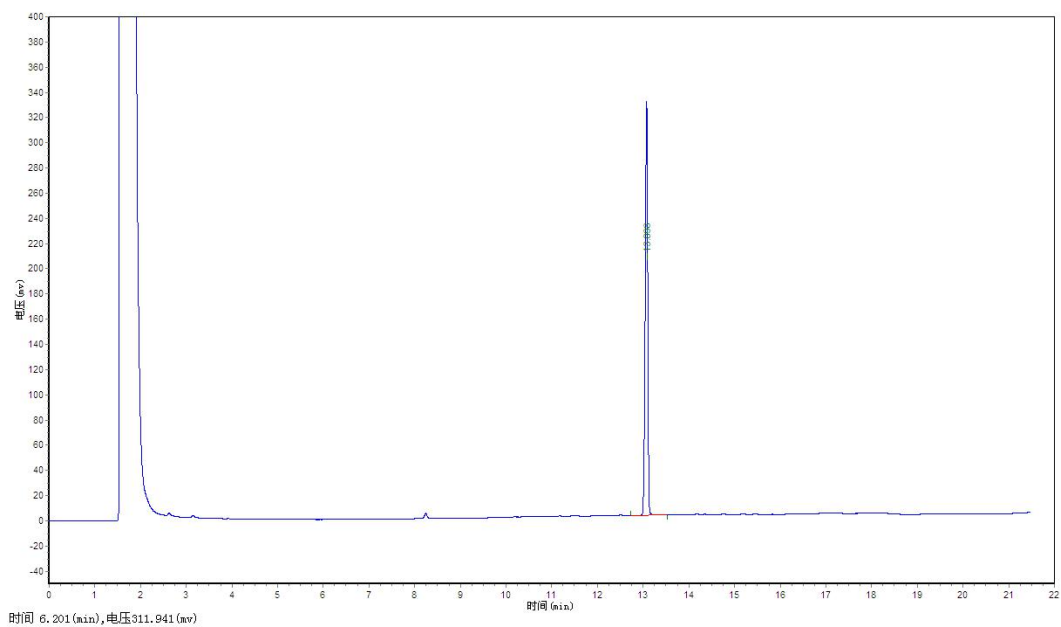
试液的出峰时间与对应的标准品出峰时间相差不大于1分钟。

7 精确度

两次测量相对平均偏差应 \leq 1%。

附录 A
(资料性附录)
聚甘油脂肪酸酯气相色谱图, 仅供参考

聚甘油脂肪酸酯气相色谱图见图A. 1。



脂肪酸甲酯气相色谱图见图A. 2。

