顶空气相色谱法测定乙苯含量的不确定度

产品名称	顶空气相色谱法测定乙苯含量的不确定度
公司名称	武汉泰特沃斯科技有限公司
价格	.00/个
规格参数	
公司地址	武汉市东湖新技术开发区光谷大道58号关南福星医药园1栋2层16室
联系电话	027 - 62436457 13006182685

产品详情

顶空气相色谱法测定乙苯含量的不确定度

泰特仪器是专业生产气相色谱仪的的厂家，GC2030S分析仪器是吸收国内外先进技术自行设计、开发、研制的新一代色谱仪，以专用仪器为主。可根据用户的要求，添加不同的检测器，以满足不同的要求。本仪器采用微型计算机控制，结构紧凑。可进行在线和离线分析，方便用户的使用。我们研制的新一代仪器具有以下功能：灵敏度高，稳定性好，分析周期短，全新的机械工艺和电气控制，操作简便。

近年来，化妆品行业迅速发展的同时，化妆品安全事件频频发生。公众对化妆品的质量安全要求和监管期望越来越高。鉴于此，《化妆品卫生规范》的修订工作于2014 年1月再次启动，并于2015 年1 月就初步完成修订的《化妆品安全技术规范》向社会公开征求意见。经化妆品标准专家委员会全体会议审议通过，该规范现已发布，自2016 年12 月1 日起实施。《化妆品安全技术规范》将乙苯列入禁用组分，并公布了检测方法。方法中规定

乙苯检出浓度为0.09mg /kg，最低定量浓度为0.3 mg /kg。

由于乙苯检出浓度和最低定量浓度较低，测量的准确性至关重要。为了提高测量结果表示的规范性，1999 年我国制定、颁布了国家计量技术规范《JJF 1059 — 1999
测量不确定度评定与表示》，并在2012 年进行了修订，在实验室认可、质量认证、法定计量检定机构考核等领域广泛推广应用。如中国合格评定国家认可委在《测量不确定度的要求》中明确提出:检测实验室应有能力对每一项有数值要求的检测结果进行测量不确定度评估。

测定方法

(1) 乙苯/甲醇水溶液系列标准溶液的配制以购得的乙苯/甲醇标准溶液为储备液:
乙苯标准值1010 mg /L，不确定度3% (k = 2) 。用移液器取500 μL 储备液至25 mL
容量瓶，用水定容，制得浓度为20. 2 mg /L 的使用溶液。分别取50 μL、150 μL 、250 μL、350 μL、1000 μL 的使用溶液至5 个50 mL
的容量瓶中，用水定容，制得水溶液系列标准溶液。

(2)顶空条件

顶空箱温度: 60°C，平衡时间30 min。色谱条件: DB — 1701 (30m × 0. 32 mm × 0. 25 μm)
。

温度: 进样口温度180°C; 检测器温度200°C;柱温35°C (5 min) ， 5°C /min
升至120°C，再以30°C /min 升至220°C (5 min) 。

柱流量: 1.0 mL /min。

分流比: 10∶1。

(3)样品处理

称取样品0.5 g (精确到0.0005 g) 于50 mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，此溶液作为待测溶液备用。用此方法制备5 个平行样品。

(4)测定

在第(2) 步的顶空、色谱条件下，分别吸取标准系列溶液(1) 10.0 mL 于已加1.0 g 氯化钠的顶空瓶内，立即盖上瓶盖轻轻摇匀。每个标准溶液测量3 次也就是每个点需要制备3 个顶空瓶样品。以标准系列溶液浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

取(3) 中的待测溶液10.0 mL 于已加1.0 g氯化钠的顶空瓶内，立即盖上瓶盖轻轻摇匀。根据峰面积，从标准曲线上查得相应组分的浓度。

空白试验: 除不称取样品外，按以上步骤操作。

开机稳定30 min 后，再按此方法将标准溶液依次进样，得到标准曲线。在未知样品方法中按空白、样品进样，得到分析结果。

通过对化妆品中乙苯含量的不确定度评定，可以得出样品中乙苯含量为19.47 mg /kg ± 3.18 mg /kg。评定结果表明，样品溶液浓度测量、测量重复性和回收率测量引入的不确定度相对较大; 在样品溶液浓度测量过程中标准溶液配制和标准曲线拟合引入的不确定度所占比例较大。因此，在日常检测中可优化溶液配制的方法、选择合适的体积量取仪器，不断提高操作人员的熟练程度，以减小测量不确定度，提高测量结果的质量。