

ICS 点击此处添加 ICS 号

点击此处添加中国标准文献分类号



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

蜂蜡中二十八烷醇、三十烷醇的测定 气相色谱法

Determination of octacosanol and triacontanol contents in beeswax

Gas chromatography

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

— XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 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。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华全国供销合作总社提出并归口。

本标准起草单位：农业部蜂产品质量监督检验测试中心（北京）。

本标准主要起草人：李熠、薛晓锋、黄京平、吴黎明、赵静、张金振、周金慧、陈芳、王鹏

蜂蜡中二十八烷醇、三十烷醇的测定气相色谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜡中二十八烷醇、三十烷醇含量的测定方法。

本标准适用于蜂蜡中二十八烷醇、三十烷醇含量的测定。

本标准检出限：二十八烷醇的检出限为0.1%，三十烷醇的检出限为0.16%。

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 6379.1 测定方法与结果的准确度（正确度与精密度）第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测定方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测定方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经回流水解后，用氯仿提取样品中的二十八烷醇、三十烷醇，提取液经无水硫酸钠净化，滤膜过滤后，气相色谱火焰离子化检测器检测，外标法定量。

4 试剂

除非另有说明，均使用分析纯试剂，水为GB/T6682规定的一级水。

4.1 氢氧化钾。

4.2 无水硫酸钠。

4.3 氯仿。

4.4 95%乙醇。

4.5 0.5 mol/L 的氢氧化钾乙醇溶液：称取 2.8 g 氢氧化钾，用 100mL 95%乙醇溶解于塑料瓶中，常温密封保存。

4.6 二十八烷醇、三十烷醇标准品：纯度 \geq 98%。

4.7 二十八烷醇、三十烷醇标准储备液：分别称取 50 mg 二十八烷醇、三十烷醇标准品，精确至 0.1 mg，放入同一 100 mL 容量瓶中，加氯仿超声波溶解后定容。常温密封环境下，有效期三个月。

4.8 二十八烷醇、三十烷醇标准工作溶液：准确吸取标准储备液（4.7）0.2 mL，1.0 mL，2.0 mL，5.0 mL，10.0 mL 于 10 mL 容量瓶，用氯仿配制成 10.0 mg/L，50.0 mg/L，100.0 mg/L，250.0 mg/L，500.0 mg/L 的标准工作溶液。常温密封环境下，有效期一个月。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪：配有火焰离子化检测器（FID）。

5.2 超低温冰箱（-86℃）。

5.3 高速粉碎研磨仪。

5.4 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.001 g。

5.5 旋转蒸发仪。

5.6 回流装置。

5.7 超声波。

6 试样制备与保存

6.1 试样的制备

取样品 200 g 置于超低温冰箱中，1h 后取出，用粉碎机研磨成粉状，置于样品瓶中，密封标记。

6.2 试样的保存

将试样于-18℃保存。

7 测定步骤

7.1 提取

称取均匀的试样 0.25 g，精确至 0.001 g，置于 150 mL 三角瓶中，加入 20 mL 氢氧化钾溶液（4.5），水浴 90℃ 回流 2 h，60℃ 旋转蒸发去除乙醇后，加入 50 mL 氯仿溶解残渣，并将溶液全部转移至透明玻璃离心管中，加入 30 mL 水，漩涡振荡 1 min，静置，除去上层液体，再重复用 30 mL 水清洗两次后，将有机相转移至 100 mL 容量瓶中，并用氯仿定容。测定前，取适量溶液经无水硫酸钠干燥，用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，待气相色谱测定。超过线性范围的样品，需要稀释后重新测定。

7.2 绘制标准曲线

吸取标准工作液于进样瓶中，气相色谱仪测定标准溶液的响应值（峰面积），以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3 气相色谱条件

色谱柱：(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷 30 m × 0.25 mm (内径) × 0.25 μm 或相当者；

柱温：200 °C 保持 1 min，以 5 °C/min 的速率升温到 320 °C，保持 10 min；

进样口温度：320 °C；

检测器温度：340 °C；

载气：氮气 (N₂)，纯度 ≥ 99.99%；

燃气：氢气 (H₂)，纯度 ≥ 99.99%；

柱流速：1.0 mL/min；

氢气流速：30 mL/min；

空气流速：300 mL/min；

不分流进样：2 μL。

7.4 气相色谱测定

取适量试样溶液和相应的标准工作溶液，作单点或多点校准，以试样峰与标准溶液峰相对保留时间定性，以色谱峰面积值定量。标准工作液及试样液中的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。标准溶液和试样溶液的气相色谱图见附录 A。

8 结果计算

试样中二十八烷醇、三十烷醇的含量按式 (1) 计算：

$$x = \frac{c \times v \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

x —试样中二十八烷醇、三十烷醇质量百分比含量，%；

c —从标准曲线中得到的被测组分的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

v —试样溶液定容体积，单位为升 (L)；

m —试样的质量，单位为克 (g)。

测定结果取其两次测定的算术平均值，计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果绝对差值不得超过重复性 r 。 $r = 2.8 \times Sr$ (重复性标准差)。重复性限 (r) 见表 1。

9.2 再现性

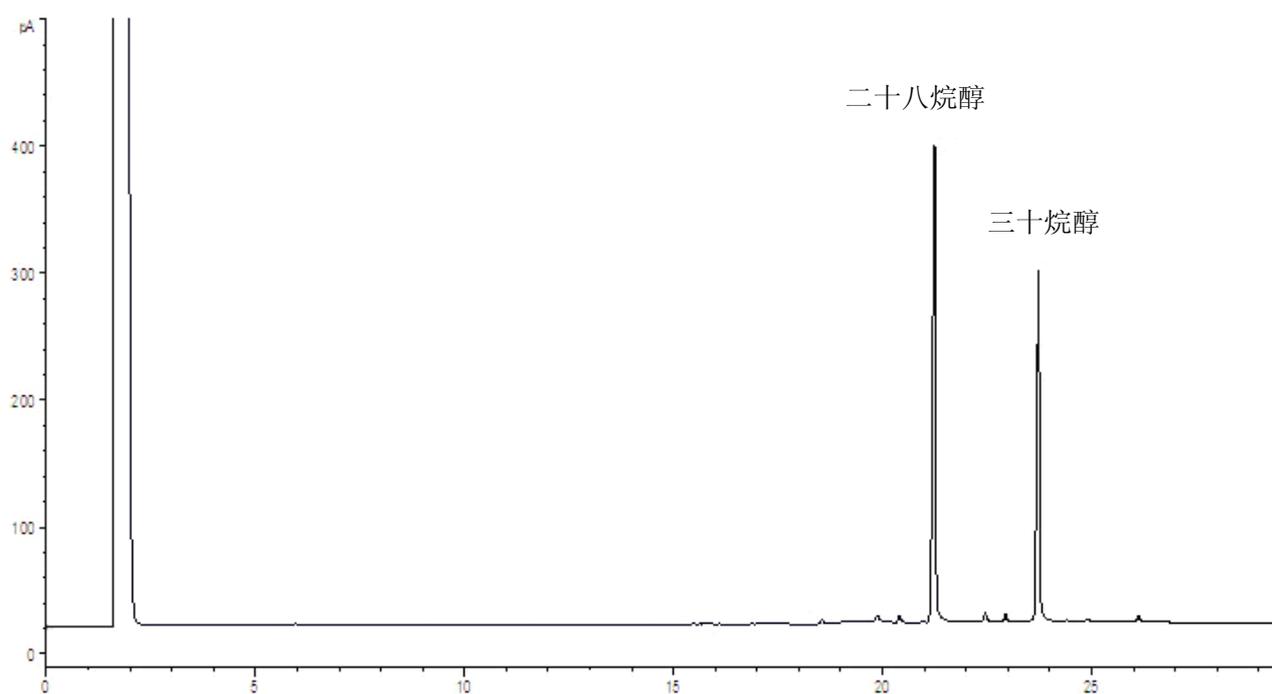
在再现性条件下，获得的两次独立测定结果，绝对差值不得超过再现性 R。R=2.8×SR（再现性标准差）。再现性 R 见表 1。

表 1 重复性限 r 和再现性 R

	二十八烷醇	三十烷醇
重复性限 r	0.40	0.52
再现性 R	0.42	0.53

附录 A
(资料性附录)

标准溶液色谱图



图A.1 二十八烷醇、三十烷醇的标准溶液色谱图