

顶空法测定化妆品中的甲醇

黄燕

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 样品在经过气-液平衡后, 采用气相色谱分离, 氢火焰离子化检测器检测, 根据保留时间定性, 峰面积定量, 以标准曲线法计算含量。

关键词: 顶空进样法; 检测方法; 化妆品中的甲醇

1 检测方法

化妆品安全技术规范(2015年版)第二章禁用组分第四章禁用组分检测方法 2.22 甲醇

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 甲醇:标准品, 99.8%。

2.1.2 无甲醇乙醇(色谱纯):取 1.0uL 注入色谱仪, 应无杂峰出现, 无甲醇检出。

2.1.3 75%乙醇: 取无甲醇乙醇(3.1.2) 75mL, 用水稀释至 100mL。

2.2 仪器设备

2.2.1 GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器(FID)

2.2.2 HS-930 全自动顶空

2.2.3 RB-InoWax/30m*0.53mm*1.00um

2.2.4 顶空瓶: 20mL, 配备铝盖和不含烃类溶剂残留的丁基橡胶或硅树脂胶隔垫

2.2.5 分析天平: 感量为 0.0001g。

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

3.1.1 甲醇标准溶液

称取甲醇标准品 1g (精确到 0.0001g) 置于 100mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇定容, 得到 10 g/L 甲醇标准溶液。

3.1.2 甲醇标准系列溶液

取甲醇标准溶液(3.1.1) 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0mL 于 10mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇定容, 配制成 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0g/L 的标准系列溶液, 取标准系列溶液各 1.0mL

分别置于顶空瓶中，加 75%乙醇 10.0mL，顶空盖密封，摇匀，备用。

3.2 样品溶液配制

称取样品 1g(精确至 0.001g)于 20mL 顶空进样瓶中，加 75%乙醇 10.0mL，密封振摇，作为样品溶液。

3.3 加标样品配制

称取样品 1g(精确至 0.001g)于 20mL 顶空进样瓶中，加 75%乙醇 10.0mL，用手轻微振摇后，再用微量注射器迅速加入 10uL、150uL、300uL 甲醇标准溶液，密封振摇，作为加标样品溶液。

4 测定

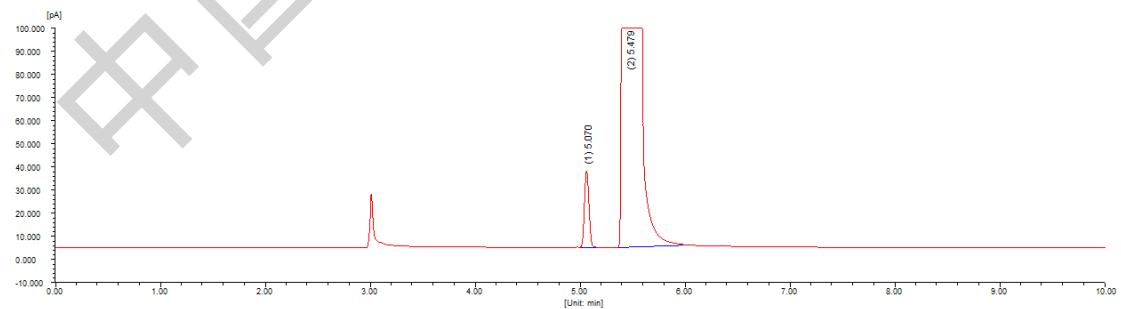
4.1 顶空条件

加热平衡温度 70°C，加热平衡时间 20min，取样针温度 80°C，阀箱温度：90°C，传输线温度 100°C，进样体积：1mL。

4.2 色谱条件

- (1) 进样口 230°C
- (2) 柱温：50°C保持 1min，以 10°C/min 升至 120°C，保持 1min，再以 40°C/min 升至 220°C，保持 2min。
- (3) 检测器 250°C
- (4) 恒流：3.0 ml/min
- (5) 分流比 8:1

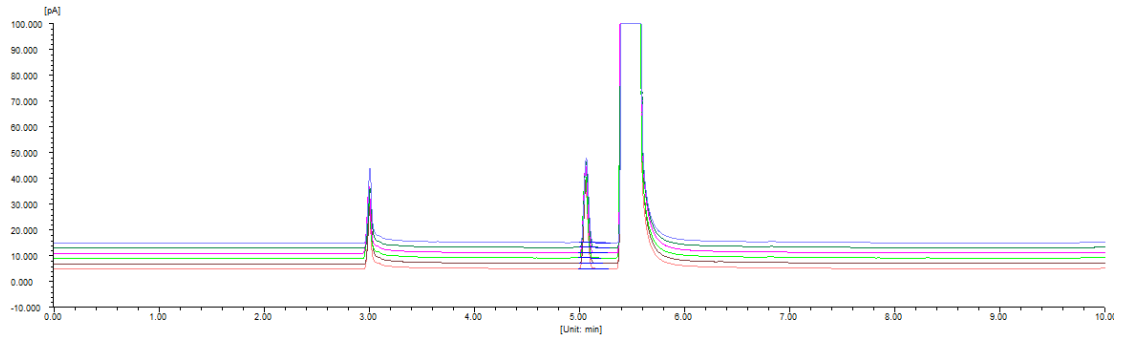
4.3 典型谱图



1、甲醇 2、乙醇

图 1 2.0g/L 甲醇标样谱图

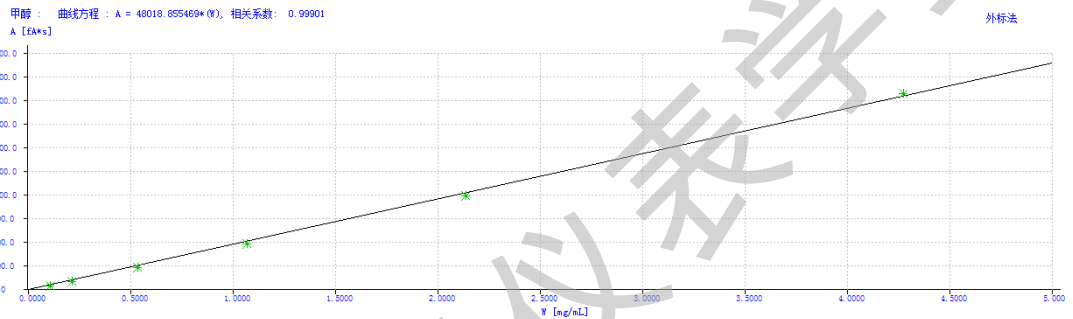
4.4 重复性实验



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	5.067	0.078	96967.7	1.9184	33155.3	1.1297	100.0000	0.0000	6

图 2 2.0g/L 甲醇标样重复性谱图

4.5 标准曲线



4.6 检出限

在取样量为 1g，本方法的检出限、定量限如下表所示：

组分名	含量 [g/L]	含量 [g/L]	含量 [g/L]	含量 [g/L]	含量 [g/L]	含量 [g/L]	含量 [g/L]	标准偏差 [g/L]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]
甲醇	0.0214	0.0206	0.0200	0.0209	0.0210	0.0206	0.0206	0.0004	13.67	54.68

4.7 样品典型谱图及连续 2 针检测结果

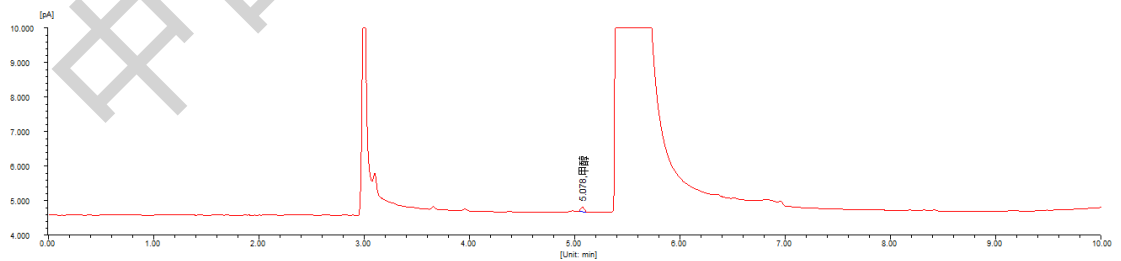


图 3 洁面皂样品谱图

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]	
1	甲醇	5.078	0.045	147.3	414.4	100.0000	82.7982	
				总计:	147.3	414.4	100.0000	82.7982

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	甲醇	5.084	0.045	145.5	408.8	100.0000	84.4498
			总计:	145.5	408.8	100.0000	84.4498

测定洁面皂中甲醇的平均含量为 83.62 mg/kg，且两次独立测定结果的绝对值为算术平均值的 1.98%，小于标准规定的 15%，满足国标要求。

4.8 加标回收率

序号	洁面皂[mg/kg]	加标量[mg/kg]	测定值[mg/kg]	加标回收率%	加标回收率范围%
1	83.62	1000	1003.37	91.98	91.20-95.08
2		1000	995.65	91.20	
3		1000	1034.46	95.08	
4		15000	15807.87	104.83	100.93-104.83
5		15000	15222.89	100.93	
6		15000	15546.99	103.09	
7		30000	31564.90	104.94	95.97-104.94
8		30000	28875.47	95.97	
9		30000	29749.21	98.89	