

# 直接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:** 样品在经过直接提取后, 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:** 气相色谱法; 检测方法; 氢火焰离子化检测器

## 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 1.0 $\mu$ L 注入色谱仪, 应无杂峰出现, 无甲醇检出。

### 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 FL1092T 自动进样器(选配)

2.2.3 HP-INNOWAX/30m\*0.32mm\*0.5 $\mu$ m

2.2.4 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、0.25、0.50、1.0、2.0mL 于 50mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇定容, 配制成 0.02、0.05、0.1、0.2、0.4g/L 的标准系列溶液, 摇匀, 备用。

### 3.2 样品溶液配制

称取样品 2g(精确至 0.001g)于 10mL 刻度管中, 加无甲醇乙醇定容, 振摇, 涡旋混匀,

超声提取 15min, 5000rpm 离心 10min, 取上清液 0.45um 滤膜过滤, 作为样品溶液。

### 3.3 加标样品配制

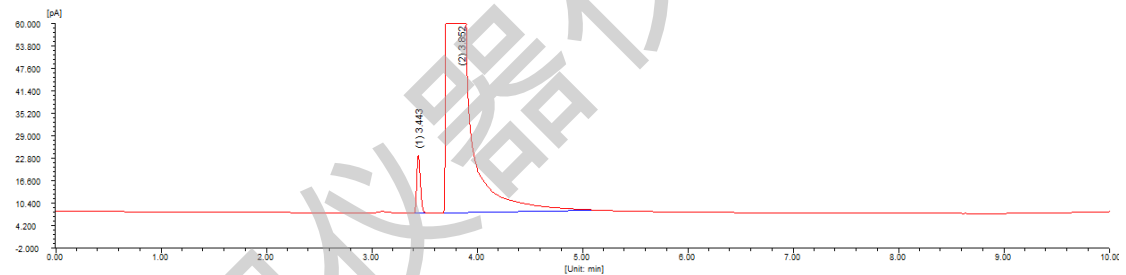
称取样品 2g(精确至 0.001g)于 10mL 刻度管中, 加少量无甲醇乙醇, 再用微量注射器迅速加入 30uL、120uL、300uL 甲醇标准溶液, 用无甲醇乙醇定容, 振摇, 涡旋混匀, 超声提取 15min, 5000rpm 离心 10min, 取上清液 0.45um 滤膜过滤, 作为加标样品溶液。

## 4 测定

### 4.1 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 230°C, 保持 17 min。
- (3) 检测器 250°C
- (4) 恒流: 1.0 ml/min
- (5) 分流比 50:1

### 4.2 典型谱图



1、甲醇 2、乙醇

图 1 0.4 g/L 甲醇标样谱图

### 4.3 重复性实验

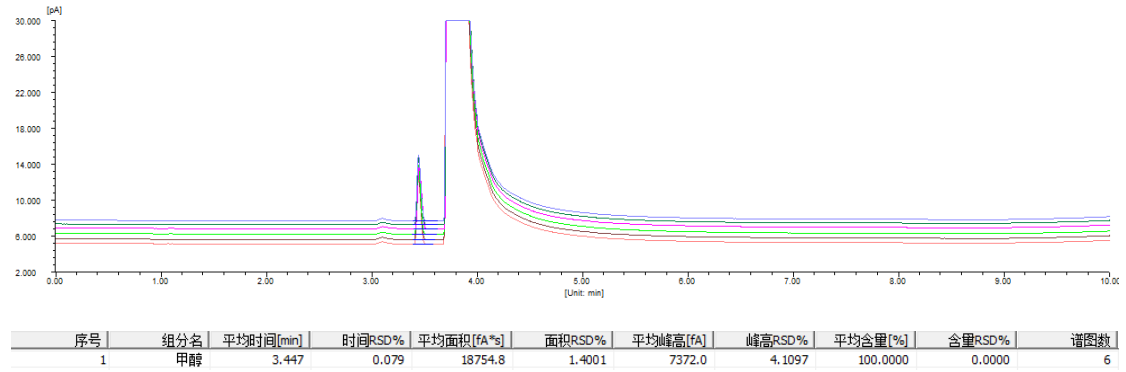
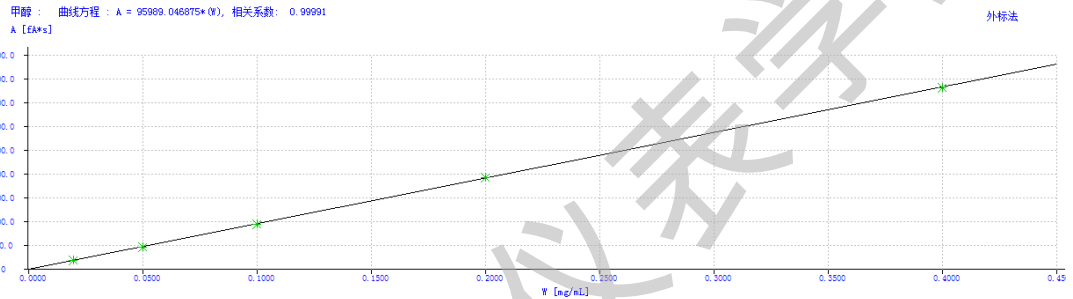


图 2 0.2 g/L 甲醇标样重复性谱图

### 4.4 标准曲线



### 4.5 检出限

在取样量为 2g，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	0.0201	0.0201	0.0208	0.0198	0.0196	0.0197	0.0197	0.0004	6.52	26.08

### 4.6 样品典型谱图及连续 2 针检测结果

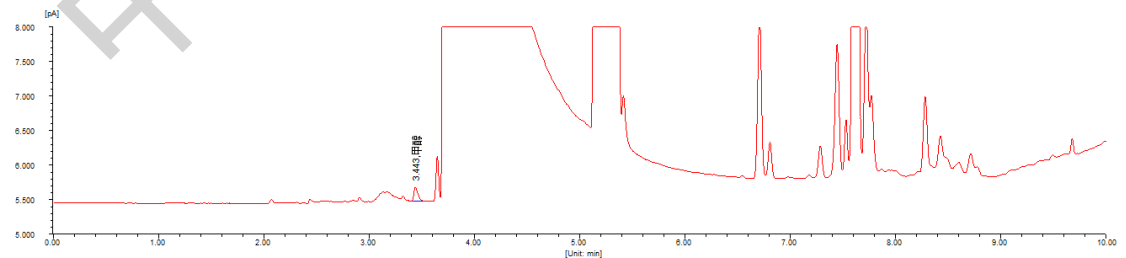


图 3 精华液样品谱图

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	3.443	0.041	207.0	548.5	100.0000	27.8345
				总计:	207.0	548.5	27.8345

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	3.442	0.041	194.2	511.3	100.0000	26.3702
				总计:	194.2	511.3	26.3702

测定精华液中甲醇的平均含量为 27.10 mg/kg，且两次独立测定结果的绝对值为算术平均值的 5.40%，小于标准规定的 15%，满足国标要求。

#### 4.7 加标回收率

序号	精华液[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	27.10	150	164.8610	91.84	91.84-92.84
2		150	165.2929	92.13	
3		150	166.3667	92.84	
4		600	624.3326	99.54	96.49-99.95
5		600	626.8127	99.95	
6		600	606.0425	96.49	
7		1500	1494.7800	97.85	95.72-97.85
8		1500	1469.0540	96.13	
9		1500	1462.9562	95.72	