

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生化学标准检验方法 甲 醇

Standard method of hygienic test for cosmetics
Methanol

UDC 668.58 : 543
.062

GB 7917.4 87

本标准适用于含乙醇的化妆品中甲醇含量的测定。

1 方法提要

试样直接或经蒸馏后,以气相色谱法进行测试和定量。

2 样品采集

见 GB 7917.1 87《化妆品卫生化学标准检验方法 汞》第 2 章。

3 试剂

3.1 甲醇(99.5%):分析纯。

3.2 无甲醇乙醇:取 1.0ml 注入色谱仪,应无杂峰出现。

3.3 GDX-102(60~80 目):气相色谱试剂。

3.4 甲醇标准溶液:取甲醇 2.5ml,置于预先注入 95ml 水的 100ml 容量瓶中,然后加水至刻度,混匀备用。此溶液为 2.5% 甲醇溶液。

3.5 氯化钠:分析纯。

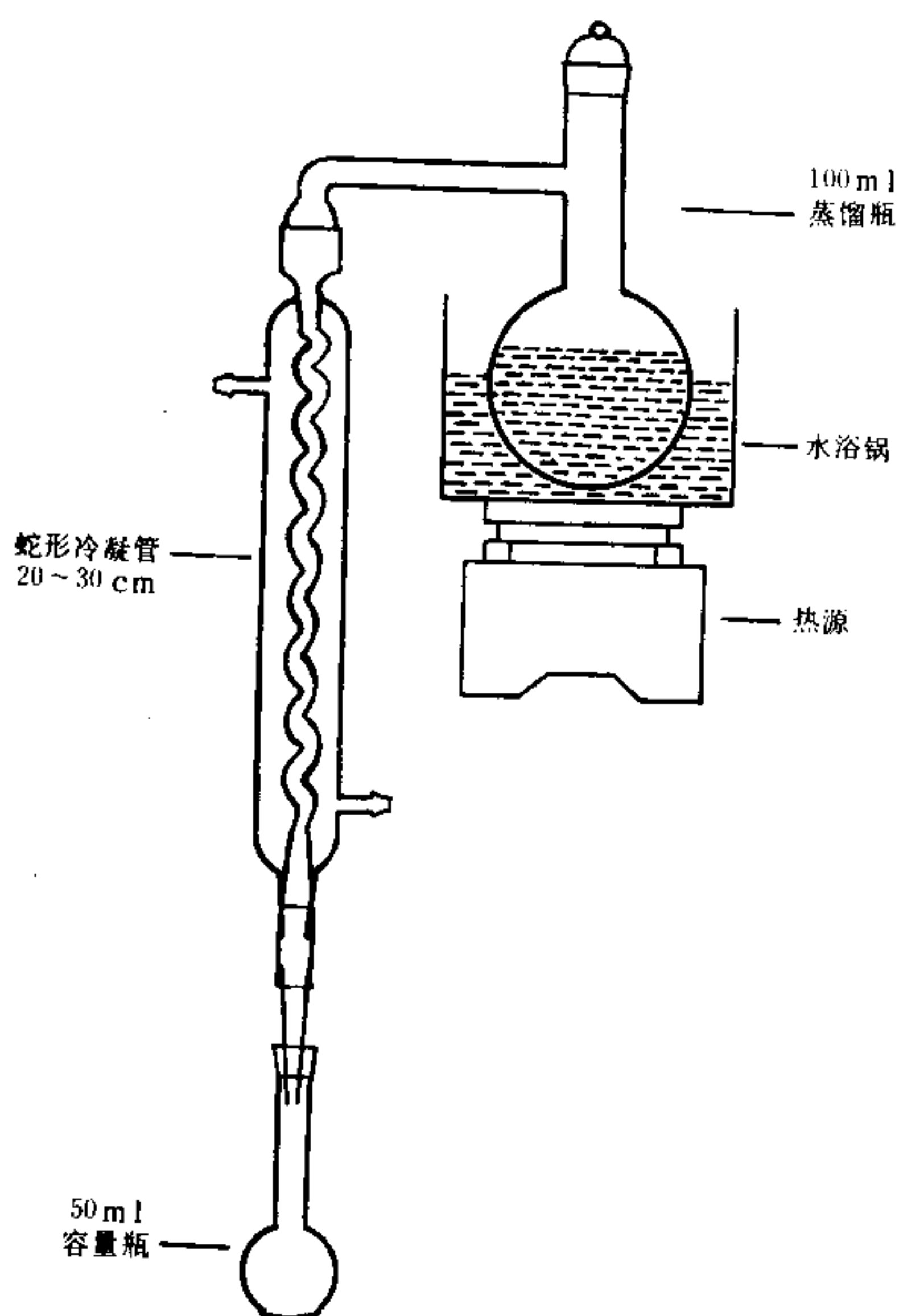
3.6 消泡剂:乳化硅油。如 284PS,上海树脂厂出品。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器。

4.2 色谱柱:玻璃柱或不锈钢柱,规格 2m× ϕ 4mm,内填充 GDX-102(60~80 目)担体。

4.3 全玻璃磨口水蒸馏装置:如图。



4.4 微量进样器: 0.5 μ l 或 1 μ l。

5 分析步骤

5.1 启动色谱仪, 进行必要的调节, 以达到仪器最佳工作条件。

色谱条件依具体情况选择, 参考条件为:

气化温度: 190 $^{\circ}$ C。

检测器温度: 180 $^{\circ}$ C。

柱温: 170 $^{\circ}$ C。

氮气流速: 40ml/min。

氢气流速: 40ml/min。

空气流速: 500ml/min。

进样量: 1 μ l。

5.2 样品预处理: 液体或低粘度样品, 且甲醇含量较高时, 可取 10ml 试样, 加无甲醇乙醇(3.2)至总体积为 50ml, 必要时可过滤, 作为样液备用。甲醇含量低的花露水等, 也可不经稀释直接测定。样品粘度较大, 无法直接测定, 可以取 10g 试样, 置于蒸馏瓶中(如图), 加 50ml 水、2g 氯化钠(3.5)、必要时加 1 滴消泡剂(3.6), 再加 30ml 无甲醇乙醇(3.2), 在沸水浴中蒸馏, 收集约 40ml 蒸馏液于 50ml 容量瓶中, 冷至室温后, 加无甲醇乙醇(3.2)至刻度, 作为样液。

5.3 测定

取 50ml 容量瓶四只,分别注入 1.00、2.00、3.00、4.00ml 甲醇标准溶液(3.4),然后分别加入无甲醇乙醇 30ml,并分别加水至刻度,此标准序列含甲醇为:0.05%、0.10%、0.15%、0.20%。

依次从各容量瓶取 1 μ l 标准注入气相色谱仪,记下各次色谱面积,并绘制峰面积 - 甲醇浓度(V/V)曲线。

取 5.2 制备的样液 1 μ l,注入气相色谱仪,记录色谱峰面积,并从标准曲线查出对应的甲醇浓度。

6 分析结果的计算

按下式计算甲醇浓度:

$$\text{甲醇}(\%, V/V) = \frac{P}{K}$$

式中: P ——从标准曲线上查得样液甲醇浓度, %;

K ——样品稀释系数,如按本方法稀释系数为 $\frac{10}{50}$ 。样品经蒸馏处理时,也视稀释系数为 $\frac{10}{50}$ 。

附加说明:

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生化学标准检验方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人沈文、郑星泉、陈辰。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。