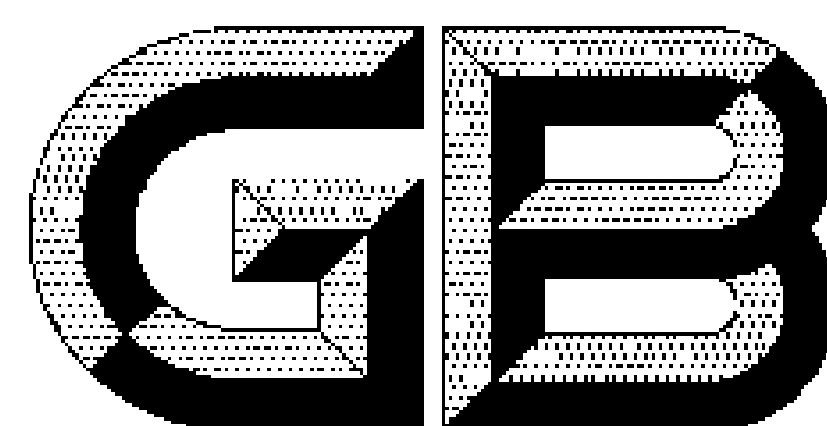




中华人民共和国国家标准

GB/T 35953—2018

化妆品中限用物质二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的测定 顶空气相色谱法

Determination of restricted dichloromethane and 1,1,1-trichloroethane in cosmetics—Headspace gas chromatography

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中国轻工业联合会提出。
本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。
本标准起草单位:上海市质量监督检验技术研究院(国家保洁产品质量监督检验中心)。
本标准主要起草人:彭亚锋、吕庆、周耀斌、麦成华、杨丹。



化妆品中限用物质二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的测定 顶空气相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷含量的顶空气相色谱测定方法的试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、回收率与精密度、允许差等内容。

本标准适用于膏霜、乳、液、水类化妆品中二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷含量的测定。

本标准对于二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的检出限分别为 0.070 mg/kg 和 0.001 0 mg/kg,定量限分别为 0.25 mg/kg 和 0.005 0 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样置于密封的顶空进样瓶中,在一定的温度和时间平衡下,试样中的目标化合物在气液两相中达到动态平衡,此时,目标化合物在气相中的浓度与它在液相中的浓度成正比。通过对气相中目标化合物浓度的测定,可计算出试样中目标化合物的浓度。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷标准样品:纯度不小于 98%,其 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A 中的表 A.1。

4.2 甲醇。

4.3 标准储备溶液:准确称取二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷标准品,用甲醇(4.2)溶解并定容至 10 mg/mL 的标准储备溶液,于 4℃ 下避光保存,有效期 2 周。

4.4 标准工作溶液:准确吸取一定体积的标准储备溶液(4.3)于一定容积的容量瓶中,用甲醇(4.2)逐级稀释成各级标准工作溶液。二氯甲烷浓度分别为 0.05 μg/mL、0.10 μg/mL、0.50 μg/mL、1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10 μg/mL 的标准工作溶液,1,1,1-三氯乙烷浓度分别为 0.001 0 μg/mL、0.002 0 μg/mL、0.010 μg/mL、0.020 μg/mL、0.20 μg/mL、0.50 μg/mL 的标准工作溶液,该溶液现配现用(二氯甲烷的线性范围:0.05 μg/mL~100 μg/mL;1,1,1-三氯乙烷的线性范围:0.001 0 μg/mL~1.0 μg/mL)。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD)。

5.2 自动顶空进样器。

5.3 顶空进样瓶:20 mL。

5.4 分析天平:感量为 0.01 g 和 0.1 mg。

5.5 涡旋振荡器。

5.6 容量瓶:10 mL、50 mL 和 100 mL。

5.7 移液管或移液器:1 mL、5 mL 和 10 mL。

6 分析步骤

6.1 样品处理

直接称取 10.00 g(精确至 0.01 g)样品于 50 mL 容量瓶中,加入甲醇至刻度,加盖密封。在涡旋振荡器上涡旋振荡至样品完全溶解或混合均匀,移取 10.0 mL 样液至顶空进样瓶。取气液平衡后的上部气体 1 mL,进入气相色谱检测。

6.2 顶空进样器条件

顶空进样器条件如下:

- a) 汽化室温度:85 °C;定量管温度:90 °C;传输线温度:100 °C;
- b) 气液平衡时间:40 min;进样时间:1 min。

6.3 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:HP-VOC,30 m×0.2 mm×1.1 μm,或相当者;
- b) 柱温:40 °C 保持 2 min,以 20 °C/min 的速率升温至 120 °C(保持 0 min),再以 10 °C/min 的速率升温至 180 °C(保持 5 min);
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 分流比:1:5;
- e) 检测器温度:300 °C;
- f) 载气:氮气;
- g) 流速:1.0 mL/min。

6.4 标准工作曲线绘制

分别吸取各级标准工作溶液 10 mL 于顶空瓶中,按 6.3 色谱条件检测。以各级标准工作溶液(二氯甲烷为 0.05 μg/mL、0.10 μg/mL、0.50 μg/mL、1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10 μg/mL,1,1,1-三氯乙烷为 0.001 0 μg/mL、0.002 0 μg/mL、0.010 μg/mL、0.020 μg/mL、0.20 μg/mL、0.50 μg/mL)的浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,进行线性回归得到标准曲线方程。

二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷标准品的气相色谱图参见附录 B 中的图 B.1。

6.5 测定

按 6.3 色谱条件,取标准工作溶液(4.4)和 6.1 步骤中样品进样,得到标准曲线和试样溶液的峰面积。从标准曲线上查得试样溶液中目标化合物的浓度。必要时样品中的二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷含量应根据两次独立的平行试验结果的平均值确定。

6.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

试样中待测物的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

.....(1)

式中:

- X —— 试样中待测二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- C —— 标准曲线查得的二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

8 回收率与精密度

在二氯甲烷添加浓度 0.25 mg/kg~2.5 mg/kg 浓度范围内,回收率在 70%~120%,相对标准偏差小于 10%;1,1,1-三氯乙烷添加浓度 0.005 0 mg/kg~0.050 mg/kg 浓度范围内,回收率在 70%~120%,相对标准偏差小于 10%。

9 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。



附 录 A
(资料性附录)

二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见表 A.1。

表 A.1 二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

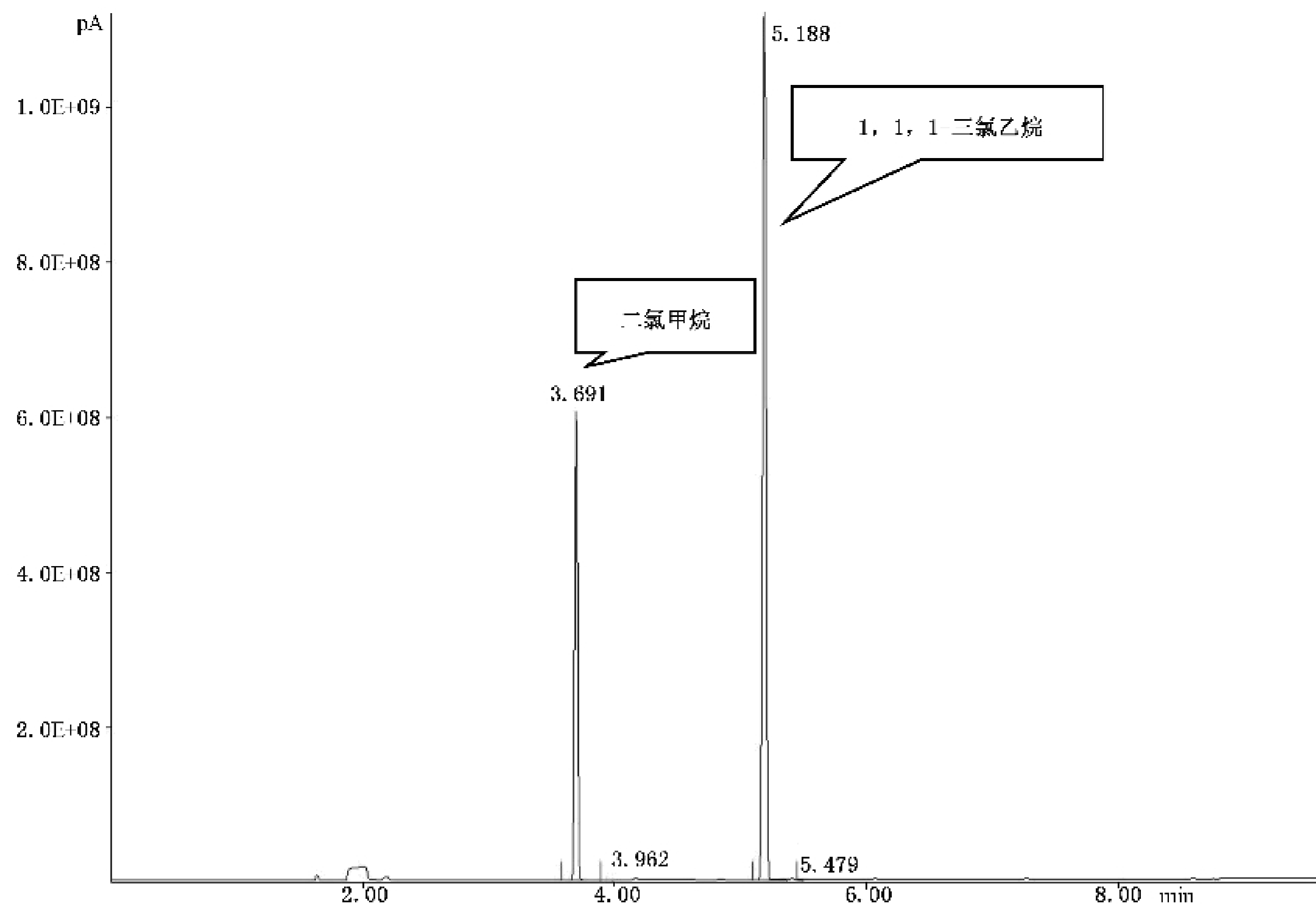
中文名称	二氯甲烷	1,1,1-三氯乙烷
英文名称	Dichloromethane	1,1,1-Trichloroethane
INCI 名称	Dichloromethane	1,1,1-Trichloroethane
CAS 号	75-09-2	71-55-6
分子式	CH ₂ Cl ₂	C ₂ H ₃ Cl ₃
相对分子质量	84.93	163.47
结构式	Cl—C^{H₂}—Cl	Cl Cl—C—CH₃ Cl



附录 B
(资料性附录)

二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷标准品的气相色谱图

二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷标准品的气相色谱图参见图 B.1。



注：二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷参考保留时间分别为 3.69 min 和 5.18 min。

图 B.1 二氯甲烷和 1,1,1-三氯乙烷标准品的气相色谱图