



中华人民共和国国家标准

GB/T 29661—2013

化妆品中尿素含量的测定 酶催化法

Determination of urea content in cosmetics—Enzymatic method

2013-09-06 发布

2014-02-15 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：上海市日用化学工业研究所(国家香料香精化妆品质量监督检验中心)、大连市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：崔俭杰、李琼、林燕、康薇、孙稚蓓、吴海霞、毛希琴。



化妆品中尿素含量的测定

酶催化法

1 范围

本标准规定了化妆品中尿素含量的测定方法——酶催化法。

本标准适用于化妆品中尿素的定量测定,其定量下限为 0.025%。

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。

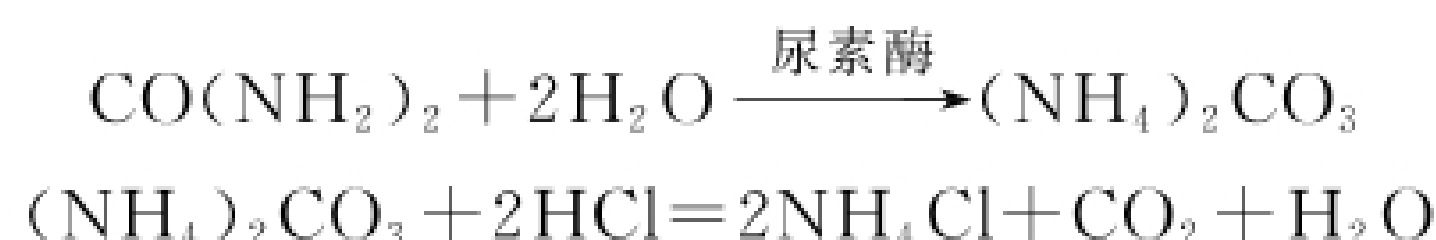
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

3 原理



样品在偏酸性条件下,所含尿素被尿素酶分解为铵盐,用酸滴定,由此计算尿素含量。



4 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 4.1 尿素酶:0.5 g 以下可将 0.25 g 尿素于 40℃~45℃ 在 1 h 内完全分解。按照产品说明保存。
- 4.2 0.1 mol/L 盐酸:配制方法按 GB/T 601。
- 4.3 0.1 mol/L NaOH 溶液:称取 0.40 g NaOH 固体,溶于 100 mL 水中。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 塑料薄膜。

5 仪器和设备

- 5.1 高型烧杯,100 mL。
- 5.2 酸式滴定管。
- 5.3 超声波清洗仪。
- 5.4 磁力搅拌器。
- 5.5 pH 计:精度 0.01。
- 5.6 分析天平:感量 0.01 g。
- 5.7 恒温水浴锅。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 水剂类、乳液类、膏霜类(O/W)样品

称取均匀样品 0.5 g(精确至 0.01 g)于高型烧杯中,加入 50 mL 水,用塑料薄膜封口,超声提取 20 min。

将高型烧杯放在磁力搅拌器上,边搅拌边滴加盐酸(4.2)中和至 pH4.0(用 pH 计,不计量,若溶液呈 pH<4.0,则需滴加 NaOH 溶液(4.3)到 pH>4.0,再用盐酸(4.2)中和至 pH4.0),加入 0.2 g 粉碎较细的尿素酶(4.1)立即用塑料薄膜封口,置于 50 ℃水浴中不时的摇晃,30 min 后取出冷却至室温,边搅拌边用 0.1 mol/L 的盐酸(4.2)滴定至 pH4.0,记录消耗的 0.1 mol/L 盐酸标准溶液的体积 V_1 。同时做一空白试验,记录消耗的 0.1 mol/L 盐酸标准溶液的体积 V_0 。

6.1.2 膏霜类(W/O)、油溶性样品

称取均匀样品 0.5 g(精确至 0.01 g)于 15 mL 离心管中,加 10 mL 无水乙醇(4.4),超声提取 20 min。以不低于 5 000 r/min 离心 15 min,将上清液全部转移至高型烧杯中,再加入 40 mL 水,摇匀。余下步骤与 6.1.1 相同。

6.1.3 唇膏类样品

称取均匀样品 0.5 g(精确至 0.01 g)于 15 mL 离心管中,加 10 mL 无水乙醇(4.4),在 80 ℃水浴中加热 3 min~5 min 使唇膏融化,涡旋 1 min,超声提取 20 min。以不低于 5 000 r/min 离心 15 min,将上清液全部转移至高型烧杯中,再加入 40 mL 水,摇匀。

余下步骤与 6.1.1 相同。

6.2 平行试验

按上述步骤,对同一样品进行平行实验测定。

7 结果计算

按式(1)计算尿素含量,以%表示:

$$X = \frac{60.06 \times (V_1 - V_0) \times c}{2 \times 1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- 60.06 ——尿素的相对分子质量;
- V_1 ——样品消耗 0.1 mol/L 盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗 0.1 mol/L 盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——0.1 mol/L 盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);
- m ——试验样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后 1 位。

注:若检测尿素含量超过 20%,需要以减少样品称样量的方式重新进行测定。

8 方法定量限

化妆品中尿素的定量测定,其定量下限为 0.025%。

9 回收率

尿素含量在 0.1%~20.0% 范围内,回收率在 95%~110%,相对标准偏差小于 10%。

10 允许差

在重复性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%。
