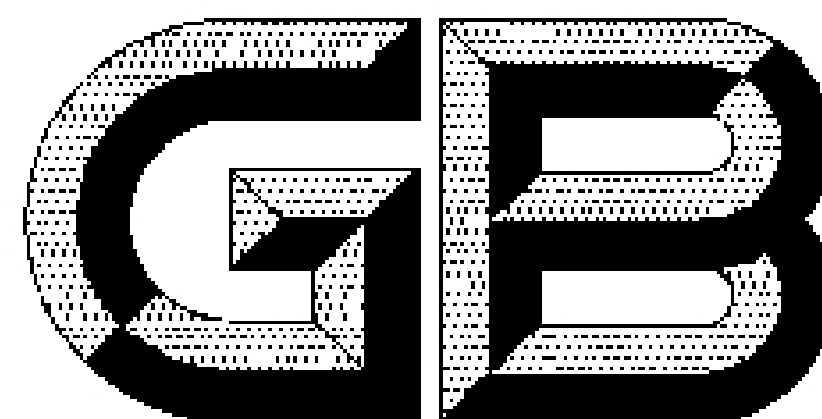




中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.11—2009

化妆品中防腐剂苯甲醇的测定 气相色谱法

Determination of benzyl alcohol as antiseptic in cosmetics by
gas chromatography method

2009-11-30 发布

2010-05-01 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

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

本标准负责起草单位:上海市质量监督检验技术研究院。

本标准主要起草人:曹程明、周耀斌、李勤、顾宇翔、周泽琳。



化妆品中防腐剂苯甲醇的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定化妆品中防腐剂苯甲醇的含量。

本标准适用于膏霜、乳液、化妆水、染发剂等化妆品中苯甲醇的测定。本方法的检出限为 $13\ \mu\text{g/g}$ ，本方法的定量限为 0.005% 。

2 原理

试样经无水乙醇超声提取，离心沉淀分离后，以氮气为载气，采用气相色谱毛细管柱分离，氢火焰离子化检测器(FID检测器)检测，外标法定量。

3 试剂和材料

除另外说明外，所有试剂均为分析纯。

3.1 无水乙醇。

3.2 苯甲醇，色谱纯，含量不小于 99.5% 。

3.3 苯甲醇标准储备液：准确称取苯甲醇 $0.1000\ \text{g}$ 于 $100\ \text{mL}$ 的容量瓶中，用乙醇溶解并定容至刻度。此溶液 $1\ \text{mL}$ 相当于 $1.0\ \text{mg}$ 苯甲醇。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 分析天平，感量为 $0.1\ \text{mg}$ 。

4.3 分析天平，感量为 $0.01\ \text{g}$ 。

4.4 容量瓶： $10\ \text{mL}$ 、 $100\ \text{mL}$ 。

4.5 具塞离心刻度试管： $10\ \text{mL}$ 。

4.6 超声振荡器。

4.7 离心机：转速不小于 $3000\ \text{r/min}$ 。

4.8 滤膜：孔径 $0.45\ \mu\text{m}$ 。

5 分析步骤

5.1 标准曲线制备

5.1.1 标准系列溶液

准确分别吸取苯甲醇标准储备液(3.3) $1.00\ \text{mL}$ 、 $2.00\ \text{mL}$ 、 $3.00\ \text{mL}$ 、 $4.00\ \text{mL}$ 、 $5.00\ \text{mL}$ 于 $10\ \text{mL}$ 容量瓶中，用乙醇稀释至刻度。配制成浓度为 $100\ \mu\text{g/mL}$ 、 $200\ \mu\text{g/mL}$ 、 $300\ \mu\text{g/mL}$ 、 $400\ \mu\text{g/mL}$ 、 $500\ \mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。

5.1.2 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱： 5% 苯基二甲基聚硅氧烷石英毛细管， $60\ \text{m} \times 0.53\ \text{mm}$ (内径) $\times 1.0\ \mu\text{m}$ ，或相当者；

b) 柱温： $100\ ^\circ\text{C}$ 保持 $3\ \text{min}$ ，以 $10\ ^\circ\text{C/min}$ 的速率升温至 $240\ ^\circ\text{C}$ ，再以 $40\ ^\circ\text{C/min}$ 的速率升温至

280 ℃保持 3 min;

- c) 汽化室温度:230 ℃;
- d) 检测器温度:300 ℃;
- e) 载气:N₂,纯度不小于 99.99%;
- f) 燃气,H₂,纯度不小于 99.99%;
- g) 载气流速:4.0 mL/min;
- h) 氢气流速:40 mL/min;
- i) 空气流速:450 mL/min;
- j) 进样方式:分流进样,分流比 1:5。

注:载气、空气、氢气流速随仪器而异,操作者可根据仪器及色谱柱等差异,通过试验选择最佳操作条件,使苯甲醇与化妆品中其他组分峰获得完全分离。

5.1.3 标准曲线

按 5.1.2 色谱条件进样 1.0 μL 进行检测。以标准系列溶液的浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,作标准曲线,或进行线性回归得到标准曲线方程。

标准液相色谱图参见附录 A 的图 A.1。

5.2 测定

5.2.1 试样处理

称取 0.5 g~1.0 g(精确至 0.01 g)样品于 10 mL 容量瓶中,加入 5 mL 无水乙醇,超声振荡 20 min,用乙醇定容至刻度,充分混匀后,转移至 10 mL 刻度离心管中,以 3 000 r/min 离心 10 min。上清液经 0.45 μm 滤膜过滤,滤液作为待测样液。

5.2.2 试样溶液的测定

按 5.1.2 的色谱条件,取 5.2.1 步骤中滤液 1 μL 进样,得到试样溶液的峰面积,根据保留时间定性,峰面积定量,从标准曲线上查得试样溶液中苯甲醇的含量。试样溶液中苯甲醇的响应值应在标准曲线线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。

5.2.3 空白实验

除不称取样品外,均按上述测定条件和步骤进行。

6 结果计算

苯甲醇含量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中苯甲醇的质量百分比含量,%;
- c——从标准曲线中得出的苯甲醇浓度,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。

7 方法回收率

当样品添加标准浓度在 0.01%~0.5%范围内,测定结果的平均回收率在 96.85%~112.93%。

8 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应超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
色谱谱图示例

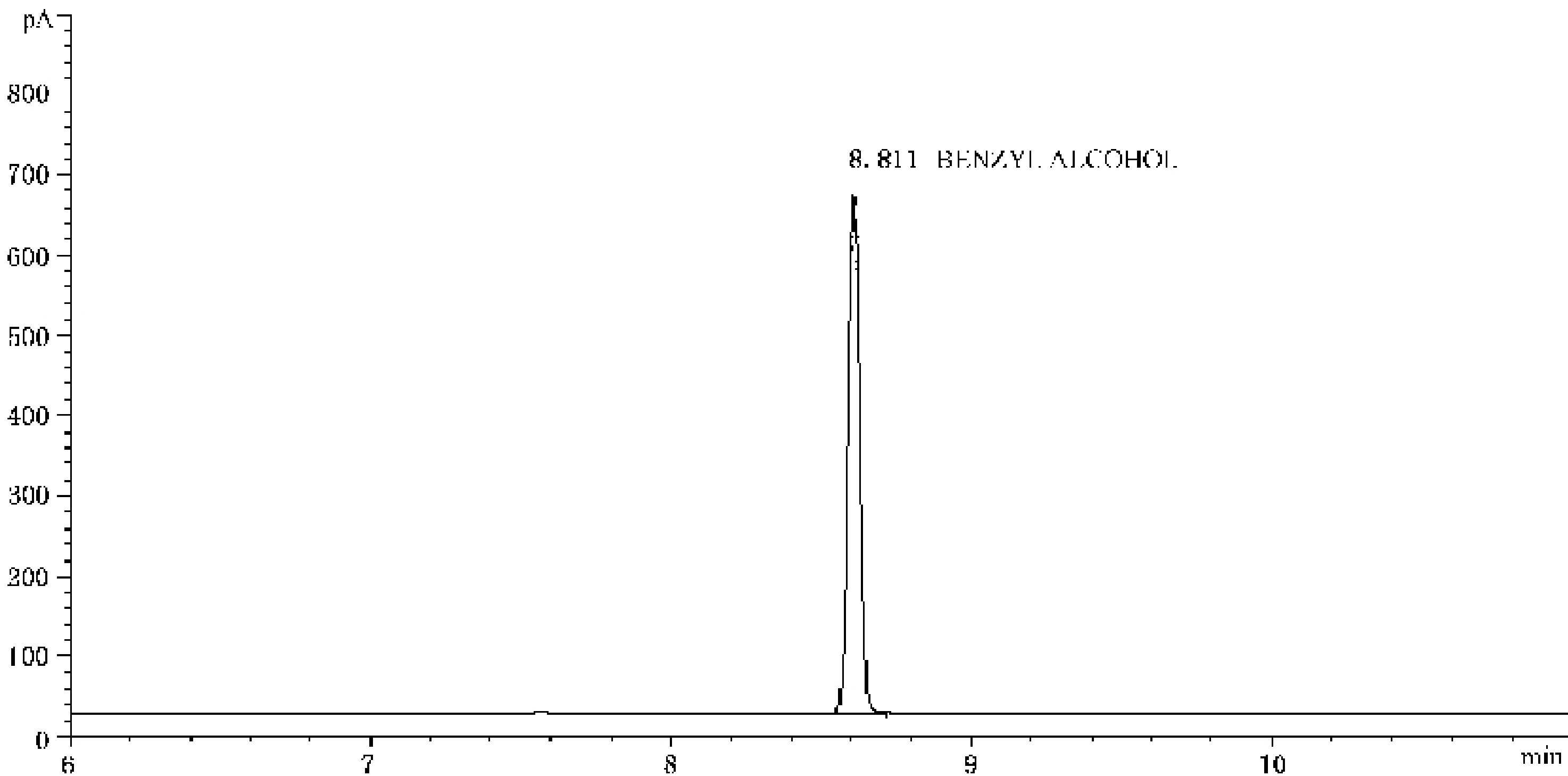


图 A.1 苯甲醇标准溶液的色谱图