



中华人民共和国国家标准

GB/T 29677—2013

化妆品中硝甲烷的测定 气相色谱-质谱法

Determination of nitromethane in cosmetics—
Gas chromatography-mass spectrometry

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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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:中国检验检疫科学研究院、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人:李新实、王超、刘茜、马强、杨海峰、王宏伟、李海玉、杨美红、武晓剑、康薇。

化妆品中硝甲烷的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中硝甲烷的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于水剂、散粉、香波、喷雾、唇膏类化妆品中硝甲烷的测定。

本标准对于硝甲烷的检出限为 0.1 mg/kg,定量限为 0.2 mg/kg。

2 原理

试样经溶剂提取,离心过滤后,经固相萃取柱净化,用气相色谱-质谱法测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有规定,所用试剂均为分析纯。

3.1 二氯甲烷:色谱纯。

3.2 甲醇:色谱纯。

3.3 无水乙醇:色谱纯。

3.4 硝甲烷标准物质:分子式 CH_3NO_2 , CAS 号 75-52-5,纯度不小于 99%,结构式参见附录 A 的图 A.1。

3.5 无水硫酸钠:经 650 °C 灼烧 4 h 后置于干燥器中。

3.6 硝甲烷标准储备溶液:准确称取适量硝甲烷标准物质(精确至 0.000 1 g),以二氯甲烷(3.1)配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液,于 4 °C 避光保存,可使用三个月。

3.7 15%甲醇-85%二氯甲烷混合溶液:准确量取 15 mL 甲醇和 85 mL 二氯甲烷,混匀后备用。

3.8 80%甲醇-20%二氯甲烷混合溶液:准确量取 80 mL 甲醇和 20 mL 二氯甲烷,混匀后备用。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱(GC-MS)仪:配有电子轰击离子源(EI)。

4.2 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。

4.3 离心机:转速不低于 5 000 r/min。

4.4 超声波水浴。

4.5 固相萃取装置。

4.6 氮吹仪。

4.7 旋转蒸发仪。

4.8 鸡心瓶:50 mL。

4.9 具塞锥形瓶:50 mL。

4.10 具塞聚四氟乙烯塑料离心管:50 mL。