

化粧品中甲醛之鑑別及含量測定(二)
Identification and Assay for Formaldehyde in Cosmetics (2)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中甲醛(formaldehyde)之鑑別及含量測定。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：C18，5 μm ，內徑 4.0 mm $\times$ 25 cm。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.1.3. 離心機(Centrifuge)：可達 2200 $\times$ g 以上者。
 - 2.1.4. 水浴(Water bath)。
 - 2.2. 試藥：醋酸銨、冰醋酸、乙醯丙酮(acetylacetone)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；甲醇採液相層析級；甲醛(1000 mg/L)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL、20 mL、50 mL 及 1000 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，Nylon 材質。
 - 2.3.3. 試管：10 mL，玻璃材質，附蓋。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：

取甲醇與去離子水以 1：1 (v/v) 之比例混合，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。
 - 2.5. 乙醯丙酮溶液之調製：

稱取醋酸銨 150 g，以去離子水 500 mL 溶解後，加冰醋酸 3 mL 及乙醯丙酮 2 mL，混合均勻，加去離子水使成 1000 mL。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

精確量取適量甲醛對照用標準品，以甲醇稀釋至 0.5~10 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.7. 衍生化標準溶液之配製：

精確量取甲醛標準溶液各 2 mL，分別置於試管中，加入乙醯丙酮溶液 2 mL，混合均勻後，於 40°C 水浴中加熱 30 分鐘，取出並冷卻至室溫，經濾膜過濾，供作衍生化標準溶液。

2.8. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約 1 g，精確稱定，置於 10 mL 容量瓶中，加入甲醇 8 mL，以超音波振盪溶解後，再以甲醇定容，以 2200 × g 離心 30 分鐘，取上清液 2 mL，置於試管中，加入乙醯丙酮溶液 2 mL，混合均勻後，於 40°C 水浴中加熱 30 分鐘，取出並冷卻至室溫，經濾膜過濾，供作檢液。另取甲醇 2 mL，置於試管中，加入乙醯丙酮溶液 2 mL，同樣操作，供作空白檢液。

2.9. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液、空白檢液及衍生化標準溶液各 10 μL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中甲醛之含量(ppm)：

$$\text{檢體中甲醛之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中甲醛之濃度(μg/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中甲醛之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長412 nm。

層析管：C18，5 μm，內徑4.0 mm × 25 cm。

移動相溶液：依2.4.節調製之溶液。

流速：0.8 mL/min。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限為5 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。