

化粧品中樟腦、薄荷腦及水楊酸甲酯之檢驗方法
Method of Test for Camphor, Menthol and Methyl Salicylate in
Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中樟腦(camphor)、薄荷腦(menthol)及水楊酸甲酯(methyl salicylate)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以氣相層析儀(gas chromatograph, GC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：火焰離子檢出器(flame ionization detector, FID)。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-624毛細管，內膜厚度1.8 μm ，內徑0.32 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：甲醇採用液相層析級；樟腦、薄荷腦及水楊酸甲酯對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL及20 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm ，Nylon材質。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

取樟腦、薄荷腦及水楊酸甲酯對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時取適量各標準原液混合，以甲醇稀釋至1~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，加入甲醇15 mL，經超音波振盪20分鐘，再以甲醇定容至20 mL，經濾膜過濾，供作檢液。
 - 2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 μL ，分別注入氣相層析儀中，依下列條件進行分析。就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中樟腦、薄荷腦或水楊酸甲酯之含量(%)：

$$\text{檢體中樟腦、薄荷腦或水楊酸甲酯之含量(\%)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^{-4}$$

C：由標準曲線求得檢液中樟腦、薄荷腦或水楊酸甲酯之濃度

($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

氣相層析測定條件：

檢出器：火焰離子檢出器。

層析管：DB-624毛細管，內膜厚度1.8 μm ，內徑0.32 mm \times 30 m。

層析管溫度：初溫：100 $^{\circ}\text{C}$ ，1 min。

升溫速率：5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

終溫：180 $^{\circ}\text{C}$ ，3 min。

檢出器溫度：250 $^{\circ}\text{C}$ 。

注入器溫度：200 $^{\circ}\text{C}$ 。

注入模式：不分流 (splitless)

載流氣體及流速：氮氣，5 mL/min。

燃燒用氣體氫氣流速：30 mL/min。

燃燒用氣體空氣流速：300 mL/min。

註：上述測定條件不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

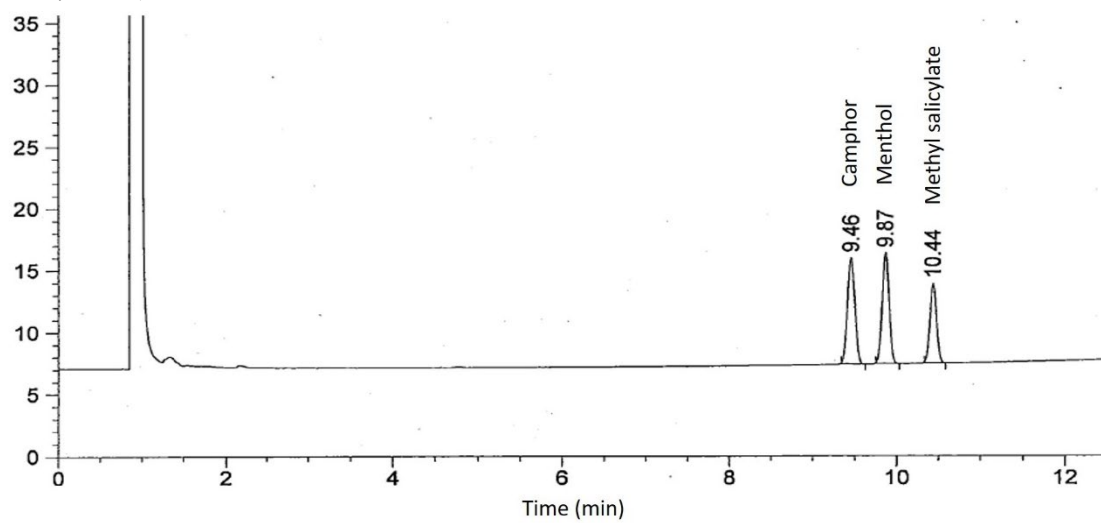
附註：1. 本檢驗方法之定量極限，樟腦、薄荷腦及水楊酸甲酯均為0.002%。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. González-Peñas, E., López-Alvarez, M., Martínez de Narvajas, F. and Ursúa, A. 2000. Simultaneous GC determination of turpentine, camphor, menthol and methyl salicylate in a topical analgesic formulation (Dologex®). *Chromatographia* 52: 245-248.
2. Valdez, J. S., Martin, D. K. and Mayersohn, M. 1999. Sensitive and selective gas chromatographic methods for the quantitation of camphor, menthol and methyl salicylate from human plasma. *J. Chromatogr. B* 729: 163-171.

參考層析圖譜



圖、樟腦、薄荷腦及水楊酸甲酯標準品之GC圖譜