

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3039—2017

化妆品中溴硝丙二醇的测定 高效液相色谱法

Determination of bronopol in cosmetics
by high performance liquid chromatography method

2017-10-25 发布

2017-11-25 实施

山东省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准由山东省化工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、山东省食品药品检验研究院。

本标准主要起草人：薛霞、周莉莉、杨昊、任雪梅、宿书芳、尹丽丽、卢兰香、别梅。

化妆品中溴硝丙二醇的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中溴硝丙二醇的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于膏霜类、乳液和液体化妆品中溴硝丙二醇的测定。

本标准方法检出限为0.01 g/kg。

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，仅所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

3 原理

试样中的溴硝丙二醇用甲醇水溶液超声波提取，经液相色谱分离后，用二极管阵列或紫外检测器进行检测，二极管阵列检测器依照保留时间和二极管阵列检测器给出的光谱图定性，紫外检测器依照保留时间定性，外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 乙酸铵：分析纯。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 0.02 mol/L 乙酸铵溶液：准确称取 1.54 g 乙酸铵，用水溶解并定容至 1 L。

4.5 甲醇+水（7+3）：准确量取甲醇 350 mL，水 150 mL，两者充分混匀。

4.6 标准物质：溴硝丙二醇（CAS 号 52-51-7），纯度不低于 99.0 %。

4.7 溴硝丙二醇标准储备溶液：称取适量溴硝丙二醇标准品（精确至 0.1 mg），用甲醇溶解配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液 2 ℃~8 ℃冷藏保存，有效期 3 个月。

4.8 标准工作溶液：将溴硝丙二醇标准储备液用甲醇水溶液（4.5）依次稀释成 1.0 μg/mL、10.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL 的系列标准溶液。使用前配制。

4.9 微孔滤膜：有机相，孔径 0.45 μm。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱：配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

5.2 电子分析天平：感量分别为 0.1 mg 和 0.01 g。

- 5.3 超声波清洗器。
 5.4 涡旋混合器。
 5.5 离心机，不低于 8000 r/min。

6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 膏霜类化妆品

称取1.0 g（精确至0.01 g）试样于研钵中，加入5 g无水硫酸钠研磨分散均匀，全部转入50 mL具塞离心管中，准确加入25.00 mL甲醇水溶液（4.5），涡旋混合均匀，超声提取15 min，4℃ 8000 r/min离心5 min，取上清液经微孔滤膜（4.9）过滤后上机测定。若样品中溴硝丙二醇含量较高，需用甲醇水溶液（4.5）适当稀释后测定。

6.1.2 乳液和液体化妆品

称取1.0 g（精确至0.01 g）试样于25 mL容量瓶中，用甲醇水溶液（4.5）定容，涡旋混合均匀，以下步骤同6.1.1“超声提取……适当稀释后测定”。

6.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下：

色谱柱：Atlantis T3 C18柱，250 mm×4.6 mm(i,d)，5 μm，或性能相当者；

流动相：乙腈：乙酸铵溶液（4.4）=5:95（体积比）；

流速：1.0 mL/min；

柱温：35℃；

进样体积：10 μL；

二极管阵列检测器：检测波长扫描范围190 nm~400 nm，定量波长208 nm；紫外检测器：208 nm。

6.3 测定

将标准工作溶液（4.4）按照浓度由低到高的顺序进样测定，以溴硝丙二醇峰面积对其浓度绘制标准曲线。试样溶液测定后，以其在208 nm波长下色谱峰的保留时间定性（二极管阵列检测器还有相应的光谱图辅助定性），标准曲线定量。经测定超出标准曲线样品经适当稀释后再进样分析，标样谱图参见附录A。

6.4 结果计算

6.4.1 试样中溴硝丙二醇的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V \times n}{1000 \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中溴硝丙二醇的含量，单位为克每千克（g/kg）；

c ——由标准曲线得到的试样溶液中溴硝丙二醇的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

n ——试样的稀释倍数；

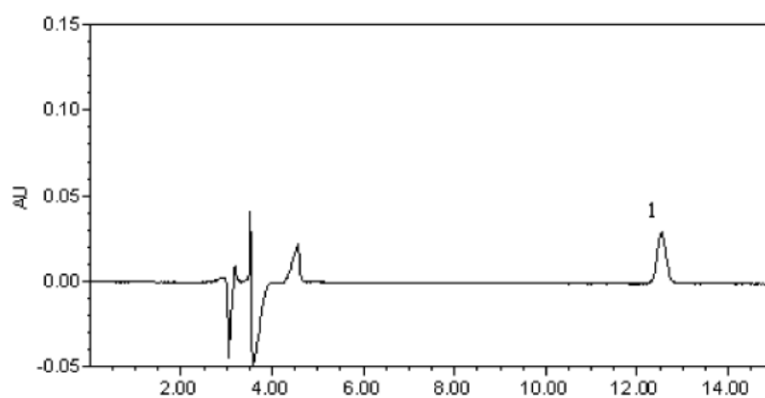
m ——试样质量，单位为克（g）。

6.4.2 以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件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 %。

附 录 A
(资料性附录)
溴硝丙二醇标样的色谱图



图A.1 溴硝丙二醇标准品的色谱图