

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3038—2017

化妆品中溴酸钾的测定 高效液相色谱法

Determination of potassium bromate 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：王艳丽、许士明、于文江、别梅、刘桂亮、公丕学、卢兰香。

化妆品中溴酸钾的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱测定染发剂、烫发剂等化妆品中溴酸钾的方法。

本标准适用于染发剂、烫发剂等化妆品中溴酸钾的测定。

本标准方法检出限为5 mg/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

试样用甲醇-水提取，提取液经固相萃取净化后，用高效液相色谱法进行测定。根据其保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

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，其它试剂和材料主要包括：

- a) 甲醇：色谱纯；
- b) 乙腈：色谱纯；
- c) 正己烷；
- d) 柠檬酸；
- e) 氨水：含量为 25 %~28 %；
- f) 十六烷基三甲基溴化铵：液相色谱用离子对试剂；
- g) 提取剂：准确量取 100 mL 甲醇与 100 mL 水，混匀后备用；
- h) 氨水-甲醇溶液（5+95）：准确量取 5 mL 氨水与 95 mL 甲醇，混匀。现用现配；
- i) 4 mmol/L 柠檬酸溶液：称取 0.84 g 柠檬酸，用水溶解并定容至 1 L；
- j) 离子对试剂缓冲溶液：准确称取 0.84 g 柠檬酸和 0.73 g 十六烷基三甲基溴化铵，用水溶解并定容至 1 L；
- k) 溴酸钾标准品：CAS 号 156-43-4，纯度不低于 99.0 %；
- l) 溴酸钾标准贮备液：称取 25.0 mg 溴酸钾标准品，用水溶解并定容至 25 mL，配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。置于 4 °C 冰箱中贮存，保存期为 180 天；
- m) 标准工作液：用 4 mmol/L 柠檬酸溶液配成溴酸钾浓度分别为 0 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL 的系列标准工作溶液；

- n) 弱阴离子固相萃取柱: 60 mg, 3 mL。使用前依次用 3 mL 氨水-甲醇溶液 (h)、3 mL 甲醇和 3 mL 4 mmol/L 柠檬酸溶液 (i) 活化;
- o) 微孔滤膜: 水相, 孔径 0.22 μm 。

5 仪器

仪器和设备主要包括:

- a) 高效液相色谱仪: 配有二极管阵列检测器;
- b) 电子分析天平: 感量为 0.1 mg、0.001 g;
- c) 超声波清洗器;
- d) 涡旋混合器;
- e) 固相萃取装置;
- f) 氮吹仪;
- g) 高速离心机: 转速不低于 8000 r/min。

6 分析步骤

6.1 试样提取

称取试样约 0.5 g (精确至 0.001 g) 于 50 mL 离心管中, 准确加入 20 mL 提取剂 (g), 在涡旋混合器上混匀 1 min, 超声波提取 15 min, 分别用 15 mL、10 mL、10 mL 正己烷萃取 3 次, 8000 r/min 离心 5 min, 弃去正己烷相, 下层提取液 A 备用。

6.2 净化

移取 10 mL 6.1 中提取液 A, 全部通过固相萃取柱 (n), 弃去流出物。依次用 4 mmol/L 柠檬酸溶液 (i) 5 mL、甲醇 1 mL 淋洗, 抽至近干后, 用 5 mL 氨水-甲醇溶液 (h) 洗脱, 洗脱液氮吹浓缩至近干, 用 4 mmol/L 柠檬酸溶液定容至 1 mL, 经 0.22 μm 微孔滤膜 (o) 过滤后备用。

6.3 仪器参考条件

色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱: 150 mm \times 4.6 mm (i, d), 5 μm , 或相当者;
- b) 流动相: 乙腈与离子对试剂缓冲溶液 (j) 按体积比 4:6 混合均匀;
- c) 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样体积: 50 μL ;
- e) 流速: 1.0 mL/min;
- f) 检测波长: 220 nm。

6.4 测定

将标准工作溶液 (m) 按照浓度由低到高的顺序进样测定, 以各组分峰面积对其浓度绘制标准曲线。试样经测定, 以各组分保留时间定性, 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。

7 结果计算

7.1 试样中溴酸钾的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times V_1 \times 1000}{V_2 \times m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

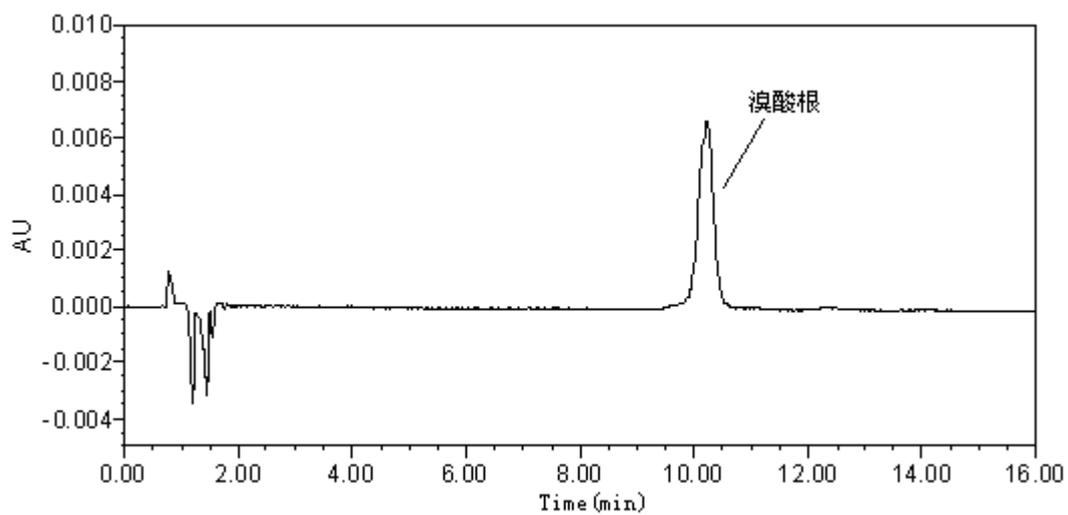
- X ——样品中溴酸钾的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- C ——样品溶液中溴酸钾的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V_1 ——加入提取剂的体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 ——移取的提取液的体积，单位为毫升（mL）；
- V ——最终试样的定容体积，单位为毫升（mL）；
- m ——样品质量，单位为克（g）。

7.2 计算结果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，保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得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)
溴酸钾标准色谱图



图A.1 溴酸根离子的标准色谱图