

化妆品中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的 测定 高效液相色谱法

Determination of o- benzenediol, m- benzenediol, p-benzenediol in Cosmetics
by High Performance Liquid Chromatography

2017-10-25 发布

2017-11-25 实施

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：宿书芳、张娟、刘睿、杨昊、于文江、卢兰香、薛霞。

化妆品中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定化妆品中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的方法。

本标准适用于染发类化妆品中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的测定。

本标准检出限对苯二酚1 mg/kg，间苯二酚1 mg/kg，邻苯二酚2 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

用甲醇提取样品中的苯二酚，经反相色谱分离后，二极管阵列检测器检测，依据保留时间定性，峰面积定量。

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。

4.1 甲醇（色谱纯）。

4.2 乙腈（色谱纯）。

4.3 三种苯二酚类物质标准品：邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚，纯度均大于95%。

4.4 标准储备溶液：分别准确称取适量邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚标准物质（精确至0.0001 g），用甲醇溶解，配置成浓度为1 mg/mL的标准储备溶液，4℃避光保存。

4.5 混合标准工作溶液：分别依次准确移取邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚标准储备溶液（4.4）2.00 mL、于10 mL容量瓶中，加甲醇至刻度。混合标准工作溶液中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的含量分别为200 g/mL。依次移取该标准溶液0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL于10 mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度。得到混合标准工作溶液中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的浓度分别为10 g/mL、20 g/mL、40 g/mL、100 g/mL。

4.6 微孔滤膜：有机相，0.45 μm。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：具二极管阵列检测器。

5.2 超声波清洗器。

5.3 高速离心机：最大转速10000 r/min。

- 5.4 涡旋混合器。
5.5 电子天平，精度为 0.0001 g。

6 分析步骤

6.1 样品制备

称取约 1g (精确至 0.0001 g) 试样于 10 mL 比色管中，加甲醇 8.00 mL，于漩涡混合器上漩涡至混合均匀，超声提取 20 min，待试样溶液冷至室温，用甲醇定容至 10 mL。于 8000 r/min 离心 10 min，上清液经 0.45 μm 滤膜 (4.6) 过滤，作为待测溶液。

6.2 标准工作曲线

将标准工作溶液 (4.5)，按照浓度由低到高的顺序进样测定，以待测物质的浓度为横坐标，对应色谱峰的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。标样谱图见附录 A。

6.3 测定

6.3.1 推荐色谱条件

推荐色谱条件如下：

- 色谱柱：C₁₈柱，150 mm×4.6 mm(i.d.)，5 μm，或性能相当者；
- 流动相：流动相 A (乙腈)，流动相 B (水)，梯度见附录 B；
- 流速：1.0 mL/min；
- 柱温：35 ℃；
- 进样体积：10 μL；
- 检测波长：278 nm。

6.3.2 样品测定

取 10 μL 待测试液 (6.1) 注入液相色谱仪，以保留时间定性，根据目标物的峰面积从工作曲线上查取对应的浓度，计算样品中邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的含量。

7 结果计算

7.1 按式 (1) 计算试样中邻苯二酚、间苯二酚或对苯二酚的含量：

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

式中：

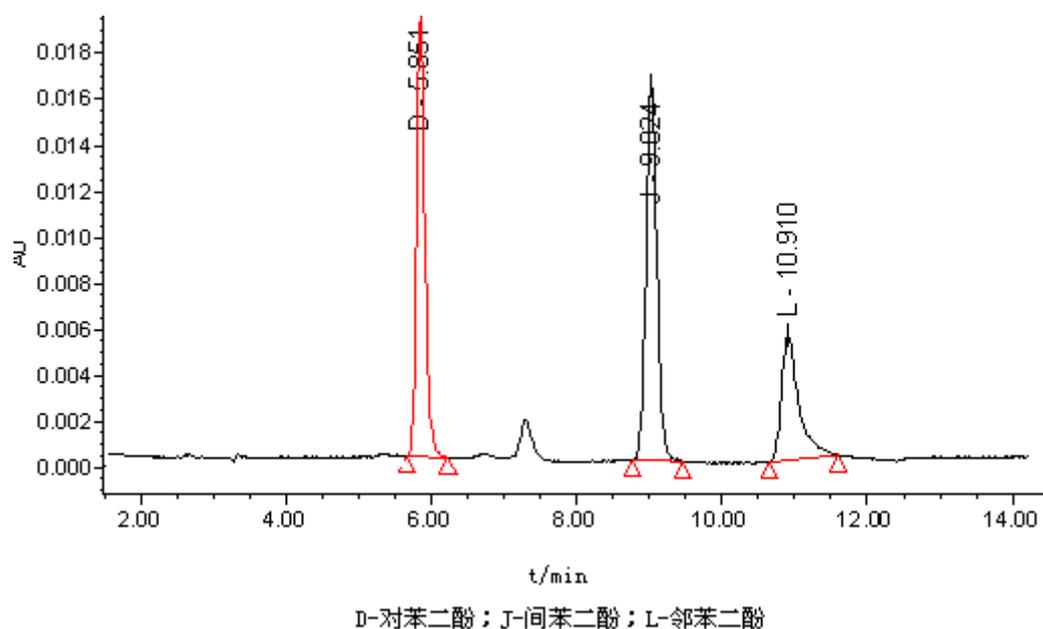
- X —— 试样中待测物质的含量，单位为克每千克 (g/kg)；
- c —— 试样中邻苯二酚、间苯二酚或对苯二酚的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；
- V —— 定容体积，单位为毫升 (mL)；
- m —— 试样质量，单位为克 (g)。

7.2 计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

同一样品在重复性条件下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)
标样的色谱图



图A.1 标样色谱图

附 录 B
(资料性附录)
流动相梯度表

表B.1 流动相梯度表

保留时间 t/min	流动相 A (乙腈), %
0	5
9	10
11	25
15	25
20	5
30	5
