

DB37

山东省地方标准

DB37/T 3033—2017

化妆品中富马酸二甲酯的测定 高效液相色谱法

Determination of Dimethyl Fumarate 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：周莉莉、霍艳敏、尹丽丽、公培学、别梅、卢兰香、张艳侠。

化妆品中富马酸二甲酯的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱测定化妆品中富马酸二甲酯的方法。

本标准适用于护发素、润肤乳液、化妆水等化妆品中富马酸二甲酯的测定。

本标准方法检出限：1.0 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

试样用甲醇超声提取，离心过滤后，以高效液相色谱分离，紫外检测器检测，以保留时间定性外标法定量。

4 试剂和材料

试剂和材料主要包括：

- a) 甲醇：色谱纯；
- b) 标准品：富马酸二甲酯（CAS：624-49-7），纯度 $\geq 99.0\%$ ；
- c) 标准储备溶液：准确称取 25 mg（精确至 0.1 mg）富马酸二甲酯标准品于 25.00 mL 容量瓶中，甲醇溶解，定容，作为标准储备溶液，浓度为 1 mg/mL，4℃保存，可使用 6 个月；
- d) 标准工作溶液：将标准储备溶液用甲醇稀释成 1 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 、200 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准溶液；
- e) 微孔滤膜：有机相，孔径 0.45 μm 。

5 仪器和设备

仪器和设备主要包括：

- a) 高效液相色谱仪：具二极管阵列检测器或紫外检测器；
- b) 天平：感量 0.01 g、0.1 mg；
- c) 涡旋混合器；
- d) 超声波清洗器；
- e) 离心机：转速不低于 10000 r/min。

6 分析步骤

6.1 试样的处理

准确称取混匀试样2 g（精确至0.01 g）于30 mL具塞离心管中，加入15.0 mL甲醇，在涡旋混合器上涡旋混匀2 min，再用超声波超声提取15 min，10000 r/min离心5 min，取上清液经微孔滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

6.2 液相色谱参考条件

色谱参考条件：

- a) 色谱柱：C18 柱，250 mm×4.6 mm(i, d)，5 μm，或性能相当者；
- b) 流动相：甲醇+水=35+65（体积比）；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：35 ℃；
- e) 进样量：10 μL；
- f) 检测波长：紫外检测器检测波长设为 210 nm。标样谱图见附录 A。

6.3 测定

将标准工作溶液按照浓度由低到高的顺序进样测定，以该组分峰面积对其浓度绘制标准曲线。试样经测定，以保留时间定性，外标法定量。

6.4 计算

试样中被测组分的含量按式（1）计算：

$$w = \frac{C \cdot V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

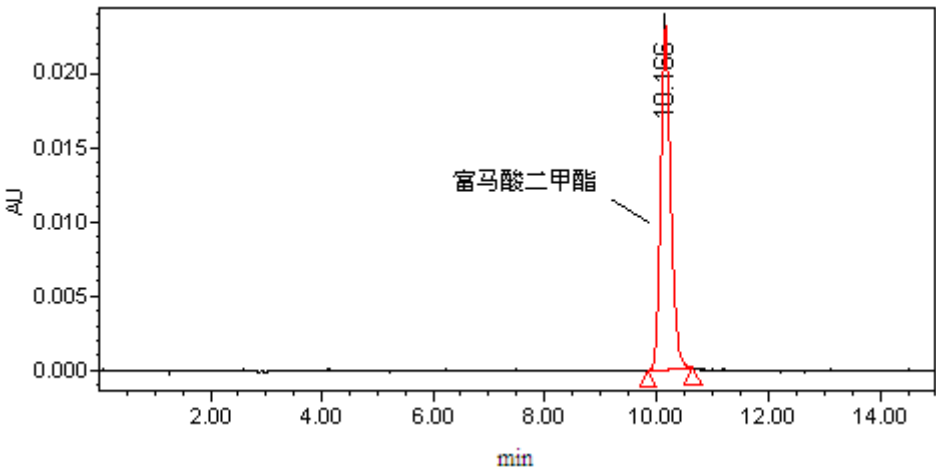
- w*——试样中该组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- C*——由标准曲线得到的试样溶液中该组分的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V*——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- m*——试样质量，单位为克（g）。

注：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。

7 精密度

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)
富马酸二甲酯标样的色谱图



图A. 1 富马酸二甲酯标样的色谱图