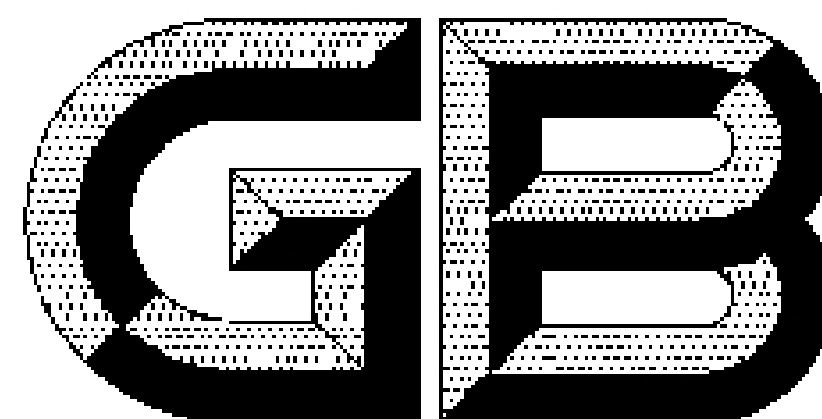




中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.12—2009

化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺 的测定

Determination of p-phenylenediamine, o-phenylenediamine and
m-phenylenediamine in cosmetics

2009-11-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。
本标准由中国轻工业联合会提出。
本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。
本标准负责起草单位:上海市质量监督检验技术研究院。
本标准主要起草人:周泽琳、张辉、王丁林、严罗美、巢强国。



引 言

本标准中的被测物质邻苯二胺、间苯二胺是我国《化妆品卫生规范》规定的禁用物质，不得作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中。如果技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时，则化妆品成品应符合《化妆品卫生规范》对化妆品的一般要求，即在正常及合理的可预见的使用条件下，不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质的限量值，本标准的制定，仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。



化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的测定

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法和气相色谱法测定化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的含量。

本标准适用于化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的测定。

本标准高效液相色谱法对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的检出限均为 $150\ \mu\text{g/g}$ ，定量限均为 $500\ \mu\text{g/g}$ ；气相色谱法对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的检出限均为 $150\ \mu\text{g/g}$ ，定量限均为 $500\ \mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

3 高效液相色谱法

3.1 原理

试样经甲醇超声提取后，经滤膜过滤，采用高效液相色谱分离，二极管阵列检测器检测，外标法定量。

3.2 试剂和材料

除另外说明外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

3.2.1 标准物质：对苯二胺，纯度不小于 99%。

3.2.2 标准物质：邻苯二胺，纯度不小于 99%。

3.2.3 标准物质：间苯二胺，纯度不小于 99%。

3.2.4 甲醇：色谱纯。

3.2.5 乙腈：色谱纯。

3.2.6 亚硫酸钠溶液：质量分数为 2%。

3.2.7 三乙醇胺。

3.2.8 磷酸。

3.2.9 三乙醇胺磷酸缓冲溶液：准确移取 10.0 mL 三乙醇胺溶解于 1 000 mL 水中，用磷酸调 pH7.7，经 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤。

3.2.10 对苯二胺、邻苯二胺、间苯二胺混合标准溶液储备液：分别准确称取对苯二胺、邻苯二胺、间苯二胺各 0.25 g（精确至 0.1 mg）于 100 mL 的容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度。此溶液 1 mL 相当于 2.50 mg 对苯二胺、邻苯二胺、间苯二胺，该溶液 4℃可避光保存 3 天。

3.2.11 对苯二胺、邻苯二胺、间苯二胺混合标准系列使用溶液：准确吸取混合标准溶液储备液（3.2.10）0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 6 个 25 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。配制成浓度为 50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L、400 mg/L、500 mg/L 的混合标准系列使用溶液，并另配制试剂空白，溶液现配现用。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 高效液相色谱仪：具二极管阵列检测器。
- 3.3.2 分析天平：感量 0.1 mg。
- 3.3.3 分析天平：感量 0.01 g。
- 3.3.4 pH 计：测量精度±0.02 pH。
- 3.3.5 具塞比色管：50 mL。
- 3.3.6 容量瓶：25 mL、100 mL。
- 3.3.7 漩涡振荡器。
- 3.3.8 超声振荡器。
- 3.3.9 滤膜：孔径 0.45 μm。

3.4 分析步骤

3.4.1 样品处理

称取 2.00 g (精确至 0.01 g) 样品于 50 mL 具塞比色管, 加入 1 mL 2% 亚硫酸钠溶液(3.2.6)、25 mL 甲醇(3.2.4), 漩涡振荡 30 s, 再加入 15 mL 甲醇(3.2.4), 混匀, 超声提取 15 min, 用甲醇(3.2.4)定容至刻度。充分混匀后, 静置, 上清液经 0.45 μm 滤膜过滤, 滤液作为待测样液。

3.4.2 高效液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：反相 C₁₈ 柱, 250 mm×4.6 mm, 5 μm, 或相当者；
- b) 流动相：三乙醇胺磷酸缓冲溶液+乙腈(97+3)；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：30 ℃；
- e) 检测器：二极管阵列检测器；
- f) 检测波长：280 nm；
- g) 进样量：5 μL。

注：流动相比例、流速等色谱条件随仪器而异, 应通过试验选择最佳操作条件, 使苯二胺类化合物与化妆品中其他组分峰获得完全分离。

3.4.3 测定

按 3.4.2 色谱条件, 取混合标准系列使用溶液(3.2.11)和 3.4.1 步骤中滤液 5 μL 进样。得到标准曲线和试样溶液的峰面积。从标准曲线上查得试样溶液中的对苯二胺、邻苯二胺、间苯二胺的浓度。

标准物质与加标样品的液相色谱图参见附录 A 的图 A.1。

3.5 结果计算

试样中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的含量按式(1)进行计算。

$$X_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times 100}{m_1 \times 10^6} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- X₁——试样中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的含量, 单位为质量分数(%)；
- c₁——试样溶液中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的浓度, 单位为毫克每升(mg/L)；
- V₁——试样溶液的体积, 单位为毫升(mL)；
- m₁——试样质量, 单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

注：对于混合使用的试样, 取含有苯二胺染料的试样进行检测, 计算结果按实际使用时的比例进行折算。

3.6 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

3.7 方法回收率

在添加浓度为 0.05%~0.5% 范围内, 对苯二胺、间苯二胺和邻苯二胺的回收率分别为 91%~

102%、79%~99%和 73%~91%。

4 气相色谱法

4.1 原理

试样经甲醇超声提取后,经滤膜过滤,采用毛细管气相色谱柱分离,氢火焰离子化检测器检测,外标法定量。

4.2 试剂和材料

同 3.2.1~3.2.4、3.2.6、3.2.10。

4.3 仪器和设备

4.3.1 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器。

4.3.2 其他设备:同 3.3.2、3.3.3、3.3.5~3.3.9。

4.4 分析步骤

4.4.1 样品处理

同 3.4.1。

4.4.2 气相色谱参考条件

- a) 色谱柱:HP-5,60 m×0.25 mm×1.0 μm,或相当者;
- b) 柱温:100 ℃保持 1 min,以 10 ℃/min 的速率升温至 200 ℃,再以 18 ℃/min 的速率升温至 280 ℃保持 15 min;
- c) 汽化室温度:220 ℃;
- d) 分流比:1:5;
- e) 检测器温度:300 ℃;
- f) 载气:氮气,流速:1.0 mL/min;
- g) 氢气:40 mL/min;
- h) 空气:400 mL/min。

注:载气、空气、氢气流速及程序升温条件等随仪器而异,应通过试验选择最佳操作条件,使苯二胺类化合物与化妆品中其他组分峰获得完全分离。

4.4.3 测定

按 4.4.2 色谱条件,取混合标准系列使用溶液(3.2.11)和 4.4.1 步骤中滤液 1 μL 进样。得到标准曲线和试样溶液的峰面积。从标准曲线上查得试样溶液中的对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的浓度。标准物质与加标样品的气相色谱图参见附录 B 的图 B.1。

4.5 结果计算

试样中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的含量按式(2)进行计算。

$$X_2 = \frac{c_2 \times V_2 \times 100}{m_2 \times 10^6} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X₂——试样中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的含量,单位为质量分数(%);
- c₂——试样溶液中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V₂——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m₂——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

注:对于混合使用的试样,取含有苯二胺染料的试样进行检测,计算结果按实际使用时的比例进行折算。

4.6 允许差

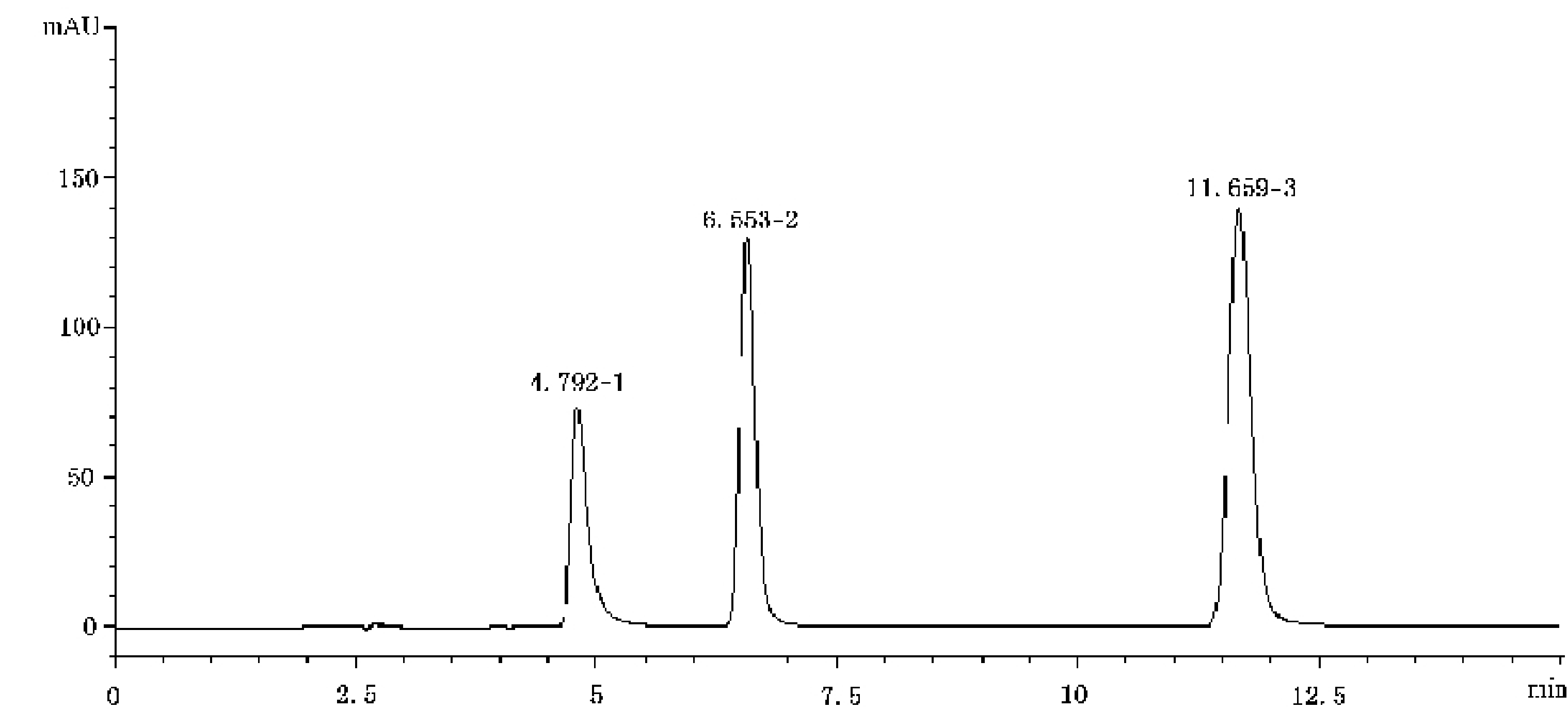
在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

4.7 方法回收率

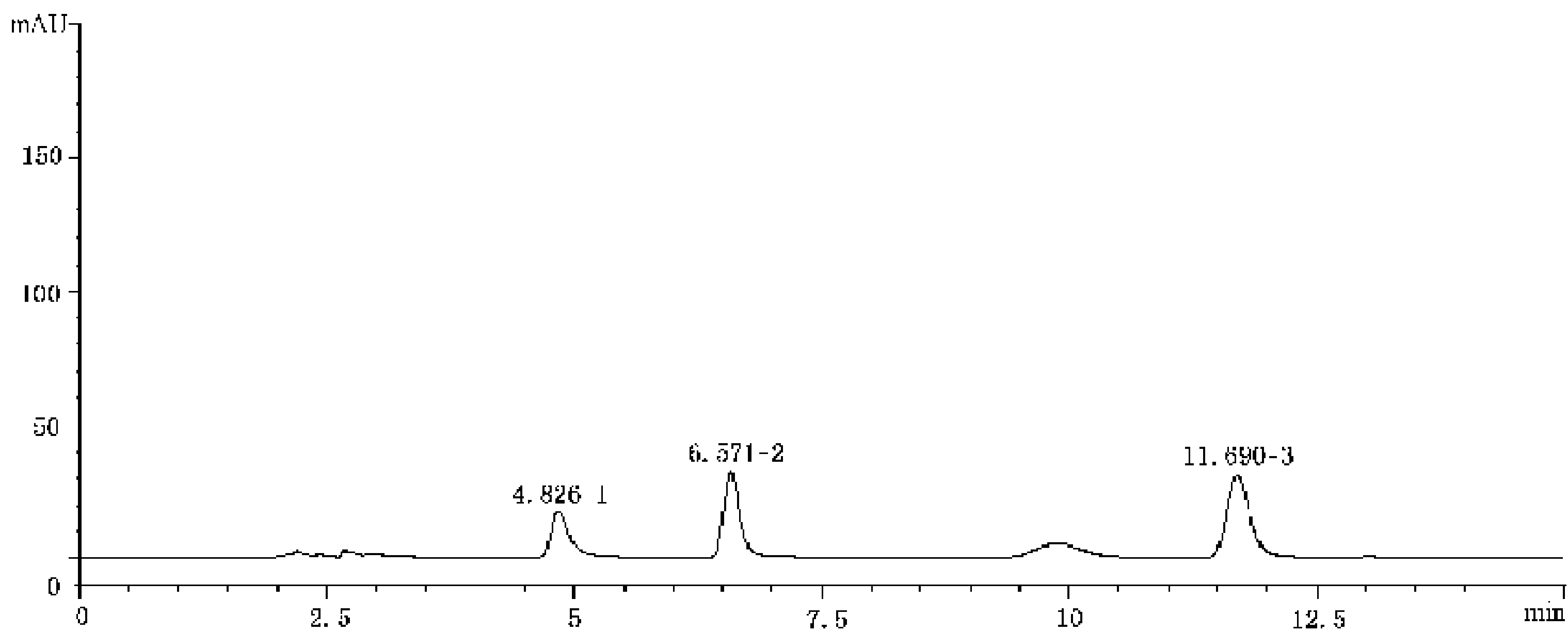
在添加浓度为 0.05%~0.5% 范围内,对苯二胺、间苯二胺和邻苯二胺的回收率分别为 89%~100%、85%~93%和 80%~93%。



附录 A
(资料性附录)
标准物质与加标样品液相色谱图



a) 标准物质液相色谱图

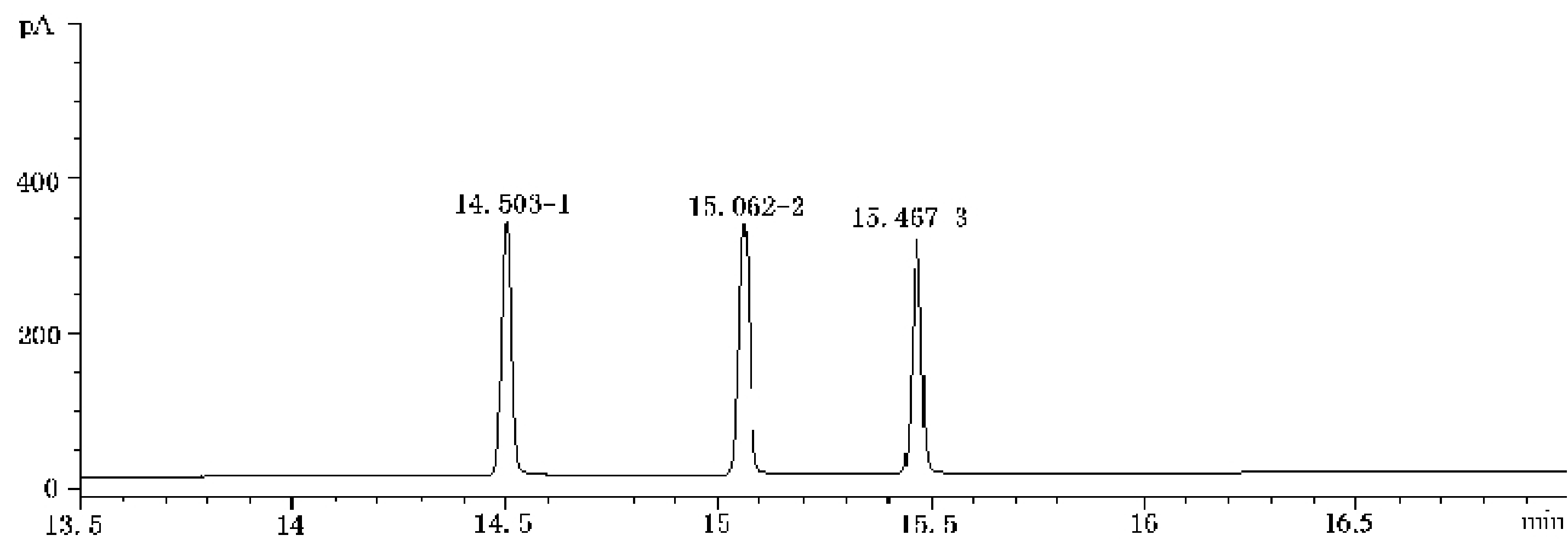


b) 加标样品液相色谱图

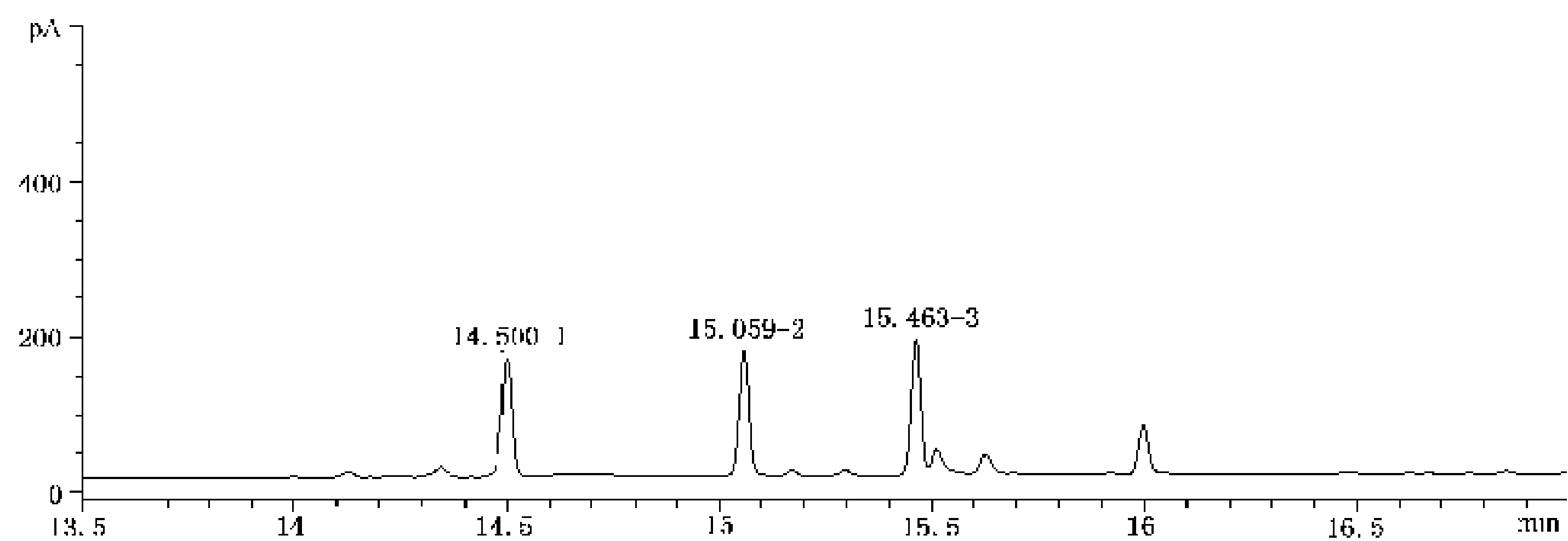
- 1——对苯二胺；
- 2——间苯二胺；
- 3——邻苯二胺。

图 A.1 标准物质与加标样品的液相色谱图

附录 B
(资料性附录)
标准物质与加标样品气相色谱图



a) 标准物质气相色谱图



b) 加标样品气相色谱图

- 1——邻苯二胺；
- 2——对苯二胺；
- 3——间苯二胺。

图 B.1 标准物质与加标样品的气相色谱图