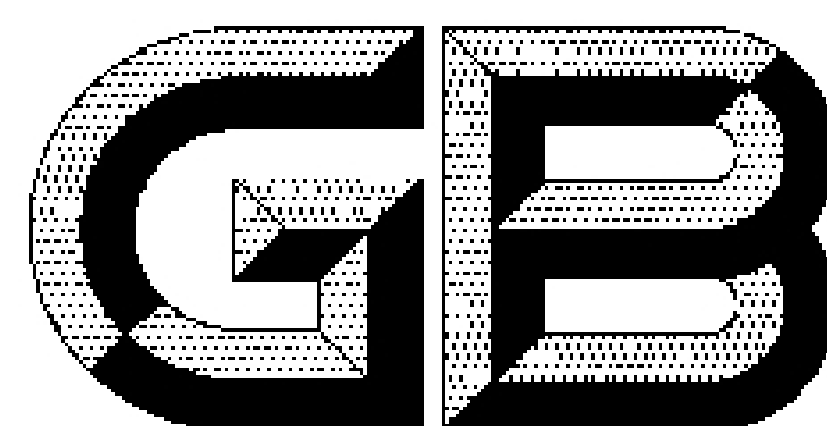




中华人民共和国国家标准

GB/T 35946—2018

眼部化妆品中硫柳汞含量的测定 高效液相色谱法

Determination of thimerosal in eye cosmetics—
High performance liquid chromatography

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准起草单位：江苏省产品质量监督检验研究院(国家化妆品质量监督检验中心)、上海市日用化学工业研究所(国家香料香精化妆品质量监督检验中心)、广东华鑫检测技术有限公司、苏州世谱检测技术有限公司、完美(中国)有限公司、欧诗漫生物股份有限公司、广州质量监督检测研究院、江苏省食品药品监督检验研究院。

本标准主要起草人：卢剑、车文军、沈敏、李晓敏、代丹、廖华勇、寻知庆、杨洋、张丽华、李海、杨安全、张征、康薇、武中平、袁利文、方萍、刘园、王小丹。



眼部化妆品中硫柳汞含量的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了眼部化妆品中硫柳汞含量的高效液相色谱(HPLC)测定方法的试验方法、结果计算、回收率与精密度、允许差等内容。

本标准适用于卸妆液、眼影、眼霜、睫毛膏、眼线液、眼线膏、眉笔等眼部化妆品中硫柳汞含量的测定。

本标准的方法检出限和定量限：卸妆液的检出限为 1 mg/kg，眼影、眼霜、眼线液等检出限为 2 mg/kg。卸妆液的定量限为 3 mg/kg，眼影、眼霜、眼线液等定量限为 6 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 试验方法

3.1 原理

样品经甲醇溶液超声提取、离心后，上清液经固相萃取小柱净化，用高效液相色谱法测定和确证，外标法定量。

3.2 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。

3.2.1 甲醇：色谱纯。

3.2.2 甲酸：色谱级。

3.2.3 乙腈：色谱纯。

3.2.4 乙酸铵。

3.2.5 2%甲酸甲醇溶液：准确移取 2 mL 甲酸于 100 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，混匀后备用。

3.2.6 10%甲酸甲醇溶液：准确移取 10 mL 甲酸于 100 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，混匀后备用。

3.2.7 0.05 mol/L 乙酸铵溶液：准确称取乙酸铵 3.85 g，置 1 000 mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，混匀过滤后备用。

3.2.8 50%甲醇溶液：准确移取 50 mL 甲醇于 100 mL 容量瓶中，用水稀释并定容至刻度，混匀后备用。

3.2.9 固相萃取柱：[NH₂ 500 mg, 6 mL 固相萃取柱上填充混合型强阳离子交换填料(PXC)150 mg]

或相当者,使用前依次用 5 mL 甲醇、10 mL 10% 甲酸甲醇溶液、10 mL 甲醇活化。

3.2.10 固相萃取柱: NH_2 200 mg/3 mL (聚合物基质) 或相当者,使用前依次用 3 mL 甲醇、6 mL 10% 甲酸甲醇溶液、6 mL 甲醇活化。

3.2.11 微孔滤膜: 0.22 μm , 有机相。

3.2.12 硫柳汞标准样品: 纯度不小于 97.0%, 其中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量及结构式参见附录 A 中的表 A.1。

3.2.13 硫柳汞标准储备溶液: 1 000 mg/L。精密称取硫柳汞标准品(3.2.12) 10 mg (精确到 0.1 mg) 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇(3.2.1) 使溶解并定容至刻度, 摇匀, 即得质量浓度为 1 000 mg/L 的硫柳汞标准储备溶液, 冷藏避光保存, 有效期为一个月。

3.2.14 中间浓度硫柳汞标准储备溶液: 50 mg/L。精密量取硫柳汞标准储备溶液(3.2.13) 0.5 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加 10% 甲酸甲醇溶液(3.2.6) 定容至刻度, 摇匀, 即得质量浓度为 50 mg/L 的中间浓度硫柳汞标准储备溶液, 临用前现配。

3.2.15 硫柳汞标准工作溶液: 分别精密量取一定体积的中间浓度硫柳汞标准储备溶液(3.2.14), 以 10% 甲酸甲醇溶液(3.2.6) 配制成 0.0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 不同浓度的硫柳汞标准工作溶液, 临用前现配。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪(二极管阵列检测器)。

3.3.2 分析天平: 感量 0.000 1 g。

3.3.3 超声波清洗仪。

3.3.4 固相萃取装置。

3.3.5 涡旋混合器。

3.3.6 离心机。

3.4 试样制备

3.4.1 提取

3.4.1.1 眼部卸妆液

摇匀样品, 准确称取试样 0.5 g, 加入 3 mL 甲醇, 涡旋分散 2 min, 加入甲醇定容至 5 mL, 待净化。

3.4.1.2 眼影、眼霜、睫毛膏、眼部凝胶、眼线液、眼线膏、眉笔等

称取样品约 0.5 g (精确至 0.000 1 g), 加入 10.0 mL 50% 甲醇溶液(3.2.8), 充分振荡 1 min (较粘样品可适当超声辅助溶解), 6 000 r/min 下离心 5 min, 取 5 mL 上清液待净化。

3.4.2 净化

3.4.2.1 眼部卸妆液

将 3.4.1.1 中的提取液转移至固相萃取柱(3.2.9), 用 5 mL 甲醇(3.2.1) 淋洗, 弃去流出液, 用 3 mL 2% 甲酸甲醇(3.2.5) 洗脱, 收集流出液, 并用 2% 甲酸甲醇定容至 3 mL, 混匀, 过微孔滤膜(3.2.11), 供 HPLC 分析。

3.4.2.2 眼霜、眼线液、眼线膏、睫毛膏、眼部凝胶、眉笔、眼影等

将 3.4.1.2 中的提取液转移至固相萃取柱(3.2.10), 用 3 mL 甲醇(3.2.1) 淋洗, 弃去流出液, 用 3 mL

10% 甲酸甲醇(3.2.6)洗脱,收集流出液,并用 10%甲酸甲醇定容至 3 mL,混匀,过微孔滤膜(3.2.11),供 HPLC 分析。

3.5 高效液相色谱法测定

3.5.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:C₁₈柱,250 mm × 4.6 mm(i.d.),5 μm,或相当者;
- b) 流动相:0.05 mol/L 乙酸铵(3.2.7): 甲醇 = 60:40(体积比);
- c) 柱温:35 ℃;
- d) 进样量:20 μL;
- e) 流速:1.0 mL/min;
- f) 检测波长:240 nm。

3.5.2 标准工作曲线的绘制

取硫柳汞标准工作溶液(3.2.15)进行 HPLC 测定,以浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,作出标准曲线,求得标准曲线回归方程。

3.5.3 测定步骤

样品待测液中硫柳汞的响应值应在标准曲线的线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样测定。硫柳汞标准样品色谱图参见附录 B 中的图 B.1。

3.5.4 空白试验

除不加试样外,均按上述测定条件和步骤进行。

4 结果计算



样品中硫柳汞(以 Hg 计)含量按式(1)计算,计算结果保留小数点后两位。

$$X_i = \frac{C_i \times V \times K}{m} \times f \times 10^{-6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_i ——样品中硫柳汞质量含量(以 Hg 计), %;
- C_i ——测试液中硫柳汞的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——定容体积,单位为毫升(mL);
- K ——稀释倍数;
- f ——硫柳汞折算为汞的系数 0.495 5;
- m ——样品质量,单位为克(g)。

5 回收率与精密度

在添加浓度 35 mg/kg~140 mg/kg 范围内,回收率在 90%~110%之间,相对标准偏差小于 5%。

6 允许差

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)

标准物质的中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量及结构式

硫柳汞中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量及结构式参见表 A.1。

表 A.1 硫柳汞中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量及结构式

序号	中文名称	英文名称	INCI 名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量	结构式
1	硫柳汞	Thiomersal (INN)	thimerosal	54-64-8	$C_9H_9HgNaO_2S$	404.8113	



附 录 B
(资料性附录)
硫柳汞标准样品色谱图

硫柳汞标准样品色谱图参见图 B.1。

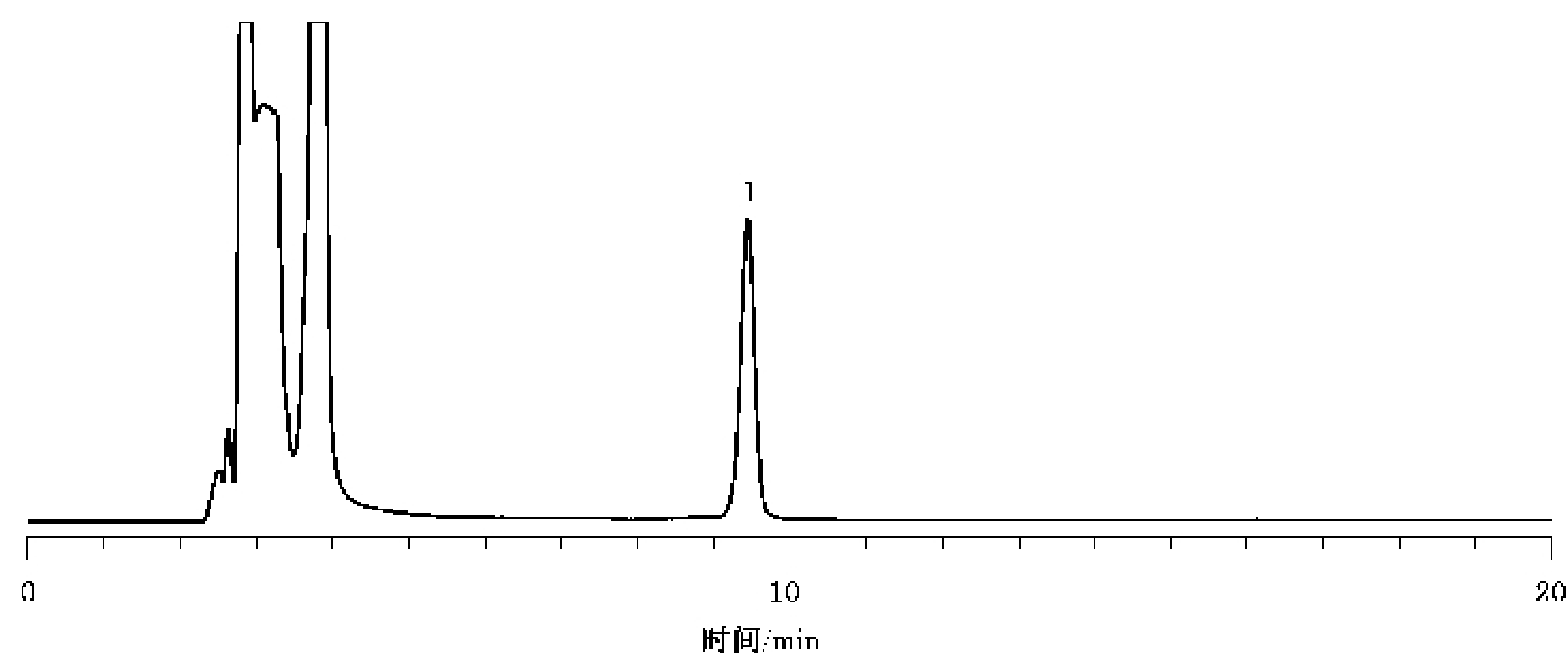


图 B.1 硫柳汞标准样品色谱图

