



中华人民共和国国家标准

GB/T 35799—2018

化妆品中吡咯烷酮羧酸钠的测定 高效液相色谱法

Determination of sodium PCA in 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:上海市质量监督检验技术研究院(国家保洁产品质量监督检验中心)。
本标准主要起草人:葛宇、杜茹芸、聂磊、林毅侃、印杰、潘煜辰。



化妆品中吡咯烷酮羧酸钠的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中吡咯烷酮羧酸钠(以吡咯烷酮羧酸计)的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于膏霜、乳、液类化妆品中吡咯烷酮羧酸钠(以吡咯烷酮羧酸计)的测定。
本标准对于吡咯烷酮羧酸钠(以吡咯烷酮羧酸计)的检出限为 0.003%，定量限为 0.01%。

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 原理

试样经饱和氯化钠破乳,流动相超声提取、离心,0.45 μm 的滤膜过滤,溶液注入高效液相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 磷酸:优级纯。
- 4.2 氯化钠。
- 4.3 甲醇:色谱纯。
- 4.4 磷酸二氢钾。
- 4.5 0.02 mol/L 磷酸二氢钾(pH=3.0):称取 2.72 g 磷酸二氢钾(4.4),加水溶解,用磷酸(4.1)调节 pH 至 3.0,加水定容至 1 000 mL。经 0.45 μm 滤膜过滤。
- 4.6 饱和氯化钠:称取 35.2 g 氯化钠(4.2),加入 97.8 g 水,搅拌溶解后使用。
- 4.7 吡咯烷酮羧酸标准品:纯度不小于 99.0%,中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A 中表 A.1。
- 4.8 吡咯烷酮羧酸标准储备液:准确称取吡咯烷酮羧酸标准品 0.1 g,精确到 0.000 1 g,于 100 mL 的容量瓶中,用水溶解并定容至刻度。即得吡咯烷酮羧酸溶液浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液。4℃冰箱冷藏保存,一周内有效。
- 4.9 标准工作溶液:用 0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(4.5)将上述标准储备液(4.8)分别配成一系列浓度 0 mg/L、2.0 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 的标准工作溶液,现用现配。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱仪,配有紫外检测器或者二极管阵列检测器。

- 5.2 分析天平,感量为 0.000 1 g。
- 5.3 超声振荡器。
- 5.4 离心机:转速 $\geq 10\,000$ r/min。
- 5.5 滤膜:孔径 0.45 μm 。
- 5.6 离心管:10 mL。
- 5.7 涡旋振荡器。

6 测定步骤

6.1 样品处理

称取样品约 0.2 g(精确至 0.001 g)于 10 mL 离心管中,加入 1.0 mL 饱和氯化钠溶液(4.6),旋涡振荡 1 min,加入 5.0 mL 0.02 mol/L 磷酸二氢钾(4.5),超声提取 30 min,用 0.02 mol/L 磷酸二氢钾(4.5)稀释至刻度。浑浊样品可取适量 10 000 r/min 离心 10 min。经 0.45 μm 滤膜过滤,滤液作为待测样液备用。

6.2 测定条件

高效液相色谱测定参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 反相柱,250 mm $\times$ 4.6 mm(粒径 5 μm),或其他性能相当者;
- b) 流动相:甲醇(4.3)+0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH = 3.0)(4.5)=2+98(体积比);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测波长:205 nm;
- f) 进样量:20 μL 。

6.3 标准工作曲线绘制



按 6.2 色谱条件检测,分别吸取 20 μL 标准工作溶液(4.9)注入高效液相色谱仪,以色谱峰的峰面积为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标,进行线性回归得到标准曲线方程。

吡咯烷酮羧酸标准品的 HPLC 色谱图参见附录 B 中的图 B.1。

6.4 试样测定

按 6.2 的色谱条件,取 6.1 步骤中滤液进样,得到试样溶液的峰面积,根据保留时间和二极管阵列的光谱图定性,吡咯烷酮羧酸标准品的 DAD 光谱图见附录 B 中的图 B.2。从标准曲线上查得试样溶液中吡咯烷酮羧酸的含量。

试样溶液中吡咯烷酮羧酸的响应值应在标准曲线线性范围内,超过线性范围则应将提取液稀释后测定或增加提取溶液的量重新检测。

6.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

6.6 平行试验

样品中的吡咯烷酮羧酸钠(以吡咯烷酮羧酸计)的含量应根据两次独立的平行试验结果平均值确定。

7 结果计算

试样中吡咯烷酮羧酸钠(以吡咯烷酮羧酸计)含量的计算按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——样品中吡咯烷酮羧酸钠(以吡咯烷酮羧酸计)的含量,%;
 - c ——从标准曲线查得吡咯烷酮羧酸的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V ——样品稀释后的总体积,单位为毫升(mL);
 - m ——样品质量,单位为克(g)。
- 计算结果保留 3 位有效数字。

8 回收率和精密度

在添加浓度 0.01%~1.0%浓度范围内,回收率在 90%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

9 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得超过算术平均值的 10%。

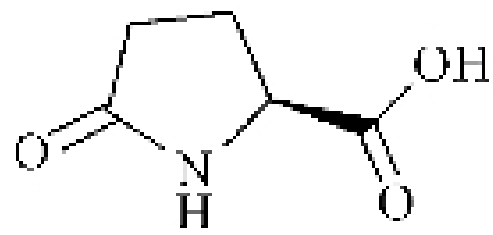


附 录 A
(资料性附录)

吡咯烷酮羧酸的中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

吡咯烷酮羧酸的中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式见表 A.1。

表 A.1 吡咯烷酮羧酸的中文名称、英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

中文名称	(S)-(-)-2-吡咯烷酮-5-羧酸
英文名称	(S)-(-)-2-Pyrrolidone-5-carboxylic acid
INCI 名称	PCA
CAS 号	98-79-3
分子式	C ₅ H ₇ NO ₃
相对分子质量	129.11
结构式	

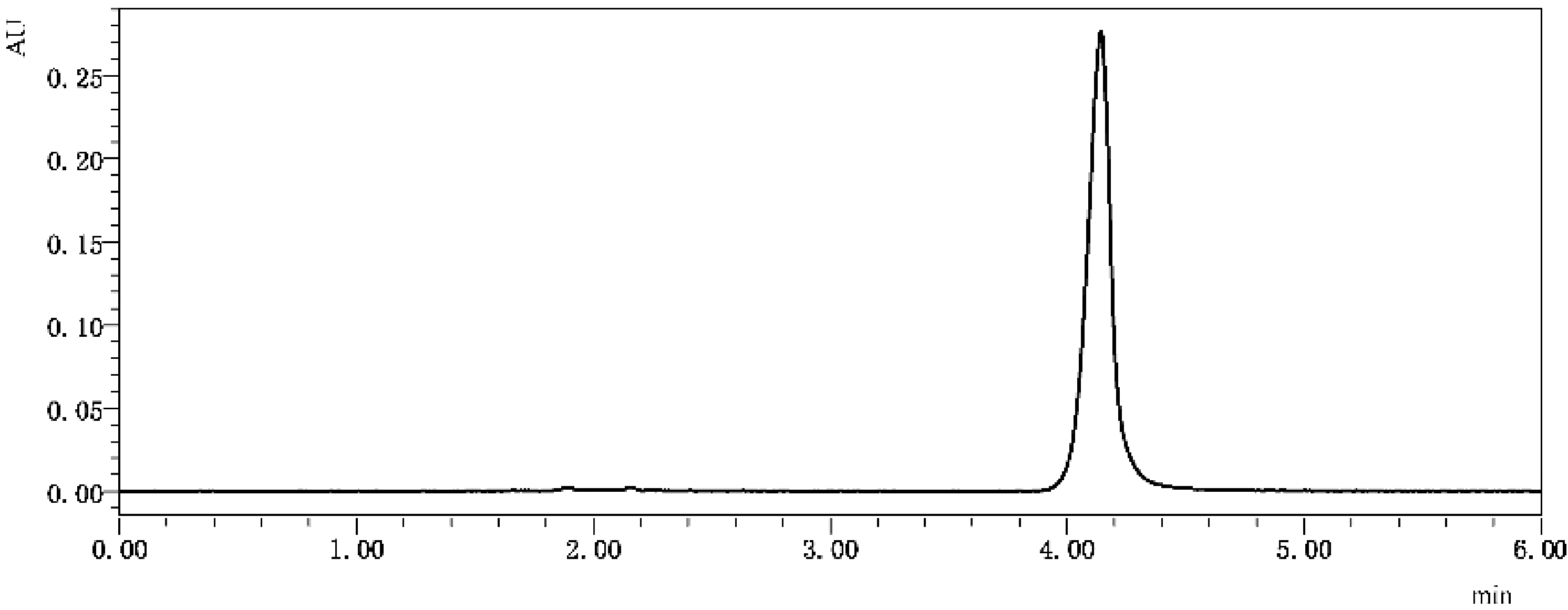


附 录 B

(资料性附录)

吡咯烷酮羧酸标准品 HPLC 色谱图和 DAD 光谱图

吡咯烷酮羧酸标准品的 HPLC 色谱图见图 B.1,DAD 光谱图见图 B.2。



注：吡咯烷酮羧酸参考保留时间为 4.1 min。

图 B.1 吡咯烷酮羧酸标准品的 HPLC 色谱图

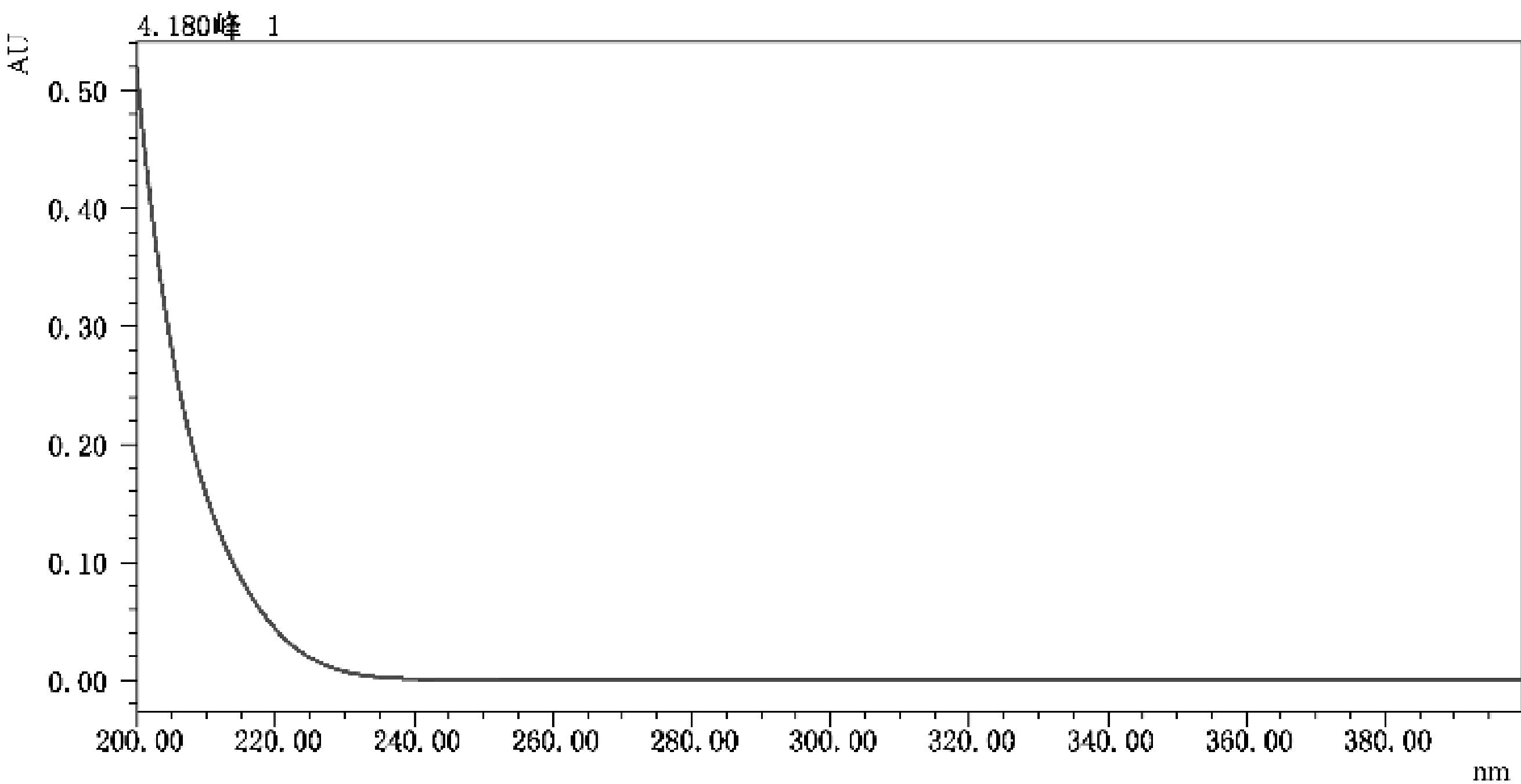


图 B.2 吡咯烷酮羧酸标准品的 DAD 光谱图