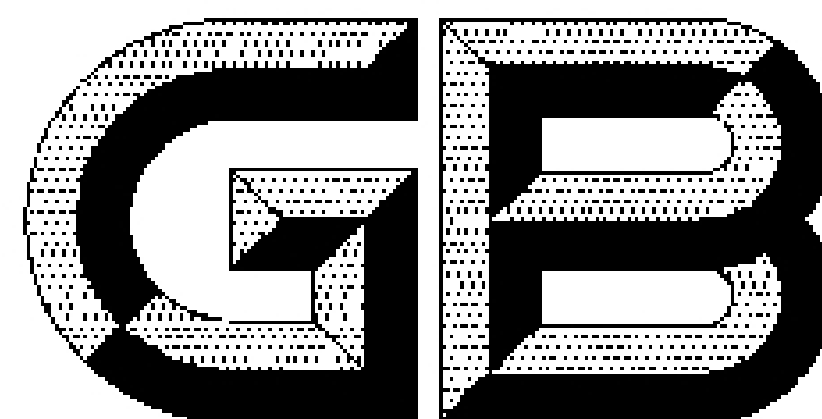




中华人民共和国国家标准

GB/T 30934—2014

化妆品中脱氢醋酸及其盐类的测定 高效液相色谱法

Determination of dehydroacetic acid and its salts in cosmetics—
High performance liquid chromatography

2014-07-08 发布

2014-11-01 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标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：北京市海淀区产品质量监督检验所、国家化妆品质量监督检验中心(北京)、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人：杨红梅、王浩、郭启雷、史海良、刘艳琴、李琼、武晓剑、沈敏、钱茵。



化妆品中脱氢醋酸及其盐类的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中脱氢醋酸及其盐类(以脱氢醋酸计)的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于膏霜、乳液、香波、化妆水、啫喱水、唇膏等化妆品中脱氢醋酸及其盐类(以脱氢醋酸计)的测定。

本标准的方法检出限：膏霜、乳液、香波、唇膏蜡基类为 0.002%；化妆水、啫喱水等水剂类为 0.001%。定量限：膏霜、乳液、香波、唇膏蜡基类为 0.006%；化妆水、啫喱水等水剂类为 0.003%。

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 实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品中加入甲醇，提取样品中的脱氢醋酸，用高效液相色谱仪进行测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱级。

4.2 标准样品：脱氢醋酸标准样品的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量见表 1，纯度不小于 98.0%，结构式为：

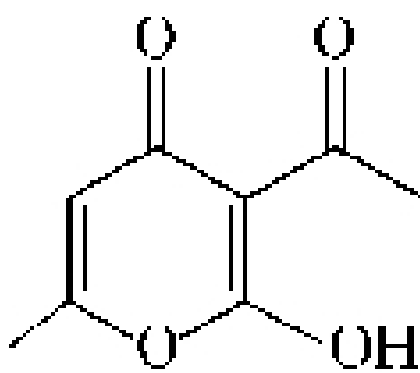


表 1 脱氢醋酸标准样品的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量
脱氢醋酸	Dehydroacetic acid	520-45-6	C ₈ H ₈ O ₄	168.15

4.3 三乙胺。

4.4 乙酸胺。

4.5 氯化钠。

4.6 四氢呋喃。

4.7 1% 三乙胺水溶液:吸取 1 mL 的三乙胺(4.3)于 100 mL 的容量瓶中,用水定容至刻度。

4.8 0.02 mol/L 乙酸铵溶液:称取 1.54 g 乙酸铵(4.4)置于烧杯中,加水溶解并定容至 1 000 mL,用 1% 三乙胺水溶液(4.7)调 pH 至 7.5。

4.9 脱氢醋酸标准储备溶液:准确称取 0.1 g(精确到 0.000 1 g)脱氢醋酸标准样品(4.2),用甲醇(4.1)溶解并定容到 100 mL,此溶液每毫升含脱氢醋酸 1 mg。标准储备液在冰箱中冷藏保存,可使用 3 个月。

4.10 标准工作溶液:分别吸取标准储备液(4.9)0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 到 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)稀释并定容至刻度。配成 0.002 mg/mL、0.005 mg/mL、0.010 mg/mL、0.020 mg/mL、0.050 mg/mL、0.10 mg/mL、0.20 mg/mL 浓度的系列标准工作溶液,冰箱冷藏保存,可使用 1 个月。

4.11 滤膜:0.45 μm ,有机相。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器(DAD)或紫外检测器。

5.2 超声波清洗器。

5.3 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.001 g。

6 测定步骤

6.1 样品制备

6.1.1 乳液、膏霜、香波类样品

准确称取样品 0.5 g(精确至 0.001 g)于 10 mL 的刻度试管中,加入甲醇(4.1)并定容至刻度,涡旋分散后超声 20 min[如果样品提取液较浑浊,加入 0.2 g~0.3 g 的氯化钠(4.5)破乳],于 8 000 r/min 离心 10 min,上清液过 0.45 μm 有机滤膜(4.11),滤液用液相色谱仪测定。

6.1.2 水剂类样品

准确吸取样品 1.0 mL 于 10 mL 的刻度试管中,加入甲醇(4.1)并定容至刻度,涡旋分散后超声 20 min,过 0.45 μm 有机滤膜(4.11),滤液用液相色谱仪测定。

6.1.3 唇膏蜡基类样品

称取样品 0.5 g(精确至 0.001 g)于 10 mL 的刻度试管中,加入 1.0 mL 四氢呋喃(4.6)涡旋溶解分散后(可以适当水浴加热帮助溶解),再加入甲醇(4.1)并定容至刻度,超声 20 min,于 8 000 r/min 离心 10 min,上清液过 0.45 μm 有机滤膜(4.11),滤液用液相色谱仪测定。

6.2 测定

6.2.1 色谱条件

色谱测定参考条件如下:

- a) 检测器:二级管阵列检测器(DAD)或紫外检测器;
- b) 色谱柱: C_{18} 色谱柱, $5\ \mu\text{m}$, $250\ \text{mm} \times 4.6\ \text{mm}$ (i.d.), 或性能相当者;
- c) 流动相:甲醇:乙酸铵溶液(4.8)(体积比)=7:93;
- d) 流速: $1.0\ \text{mL/min}$;
- e) 柱温: $30\ ^\circ\text{C}$;
- f) 检测波长: $290\ \text{nm}$;
- g) 进样量: $5\ \mu\text{L}$ 。

6.2.2 标准工作曲线绘制

分别移取 $0.002\ \text{mg/mL}$ 、 $0.005\ \text{mg/mL}$ 、 $0.010\ \text{mg/mL}$ 、 $0.020\ \text{mg/mL}$ 、 $0.050\ \text{mg/mL}$ 、 $0.10\ \text{mg/mL}$ 、 $0.20\ \text{mg/mL}$ 浓度的系列标准工作液(4.10)按色谱条件(6.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。

脱氢醋酸标准溶液色谱图参见附录 A 的图 A.1。

6.2.3 定量分析

样品溶液(6.1)按色谱条件(6.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,由色谱峰的峰面积可从标准工作曲线上求出相应的脱氢醋酸的浓度。样品溶液中的被测物的响应值均应在仪器测定的线性范围之内。



6.3 定性确证

液相色谱仪对样品进行定性测定时,如果检出被测样品的色谱峰的保留时间与标准品相一致,并且在扣除背景后的样品色谱图中该物质的紫外吸收光谱图与标准品的紫外吸收光谱图相一致,则可确认样品中存在被测物质。必要时可用其他方法进行确证试验。

6.4 空白试验

除不称取样品外,均按上述测定条件和步骤进行。

7 结果计算

样品中脱氢醋酸含量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1\ 000} \times 100\% \quad \dots\dots \quad \dots\dots(1)$$

式中:

X ——样品中脱氢醋酸的含量, %;

c ——样品测定液中脱氢醋酸的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——样品质量,单位为克(g);

V ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

计算结果应扣除空白值,计算结果保留至小数点后两位。

8 检出限和定量限

本标准方法检出限:膏霜、乳液、香波、唇膏蜡基类为 0.002% ; 化妆水、啫喱水等水剂类为 0.001% 。

本标准方法定量限：膏霜、乳液、香波、唇膏蜡基类为 0.006%；化妆水、啫喱水等水剂类为 0.003%。

9 回收率和精密度

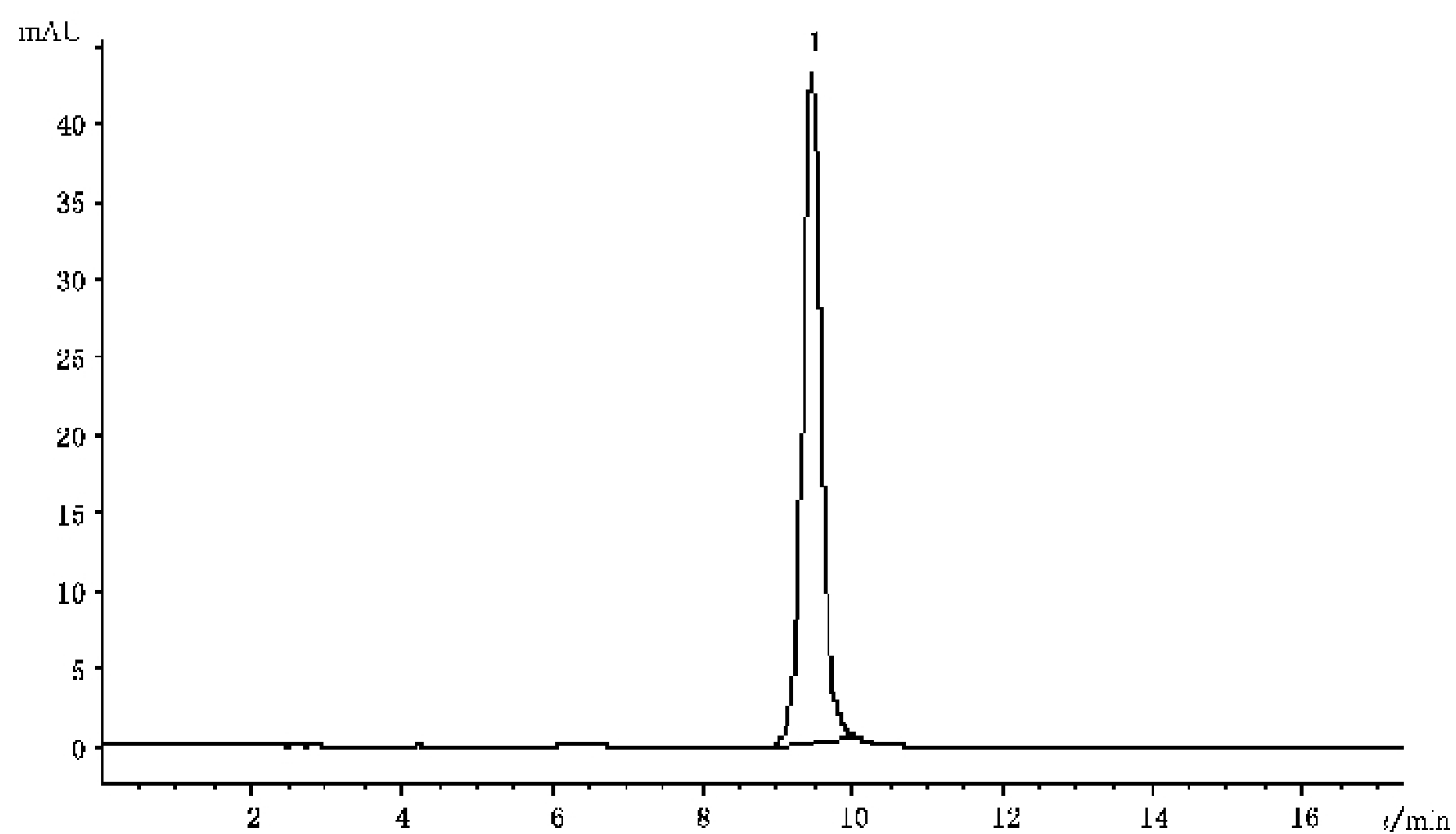
添加浓度在 50 mg/kg~1 000 mg/kg 范围内，加标回收率为 94.2%~109.5%之间，相对标准偏差小于 10%。

10 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)
脱氢醋酸标准溶液色谱图



说明：

1——标准样品出峰时间(9.463 min)。

图 A.1 脱氢醋酸标准溶液色谱图