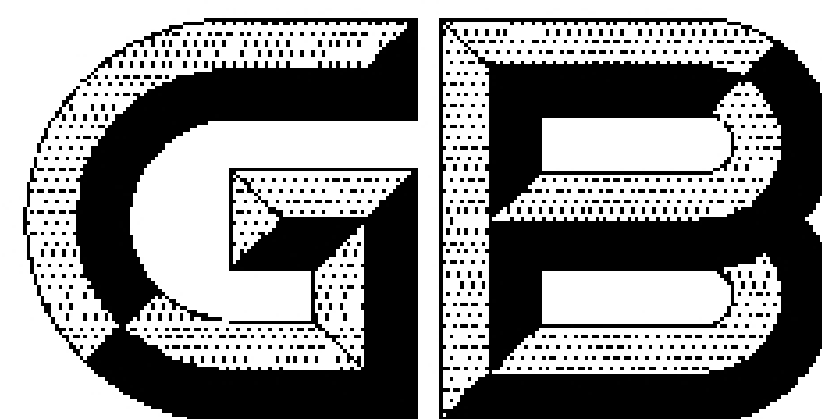




中华人民共和国国家标准

GB/T 29671—2013

化妆品中苯酚磺酸锌的测定 高效液相色谱法

Determination of zinc 4-hydroxybenzene sulphonate in cosmetics—
High performance liquid chromatography

2013-09-06 发布

2014-02-15 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：中国检验检疫科学研究院、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人：王烨、马强、白桦、王星、席广成、席海为、卢晓静、刘茜、武晓剑、康薇。

化妆品中苯酚磺酸锌的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中苯酚磺酸锌的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于水剂、香波、膏霜、蜡基、散粉类化妆品中苯酚磺酸锌的测定。

本标准对于苯酚磺酸锌的检出限和定量限：水剂类和香波类样品中检出限为 24 mg/kg，定量限为 30 mg/kg；膏霜类和蜡基类样品中检出限为 120 mg/kg，定量限为 140 mg/kg；散粉类样品中检出限为 60 mg/kg，定量限为 90 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 原理

试样经溶剂提取，离心过滤后，用高效液相色谱法进行测定，保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定，所用试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 四氢呋喃：色谱纯。

4.3 40%四丁基氢氧化铵水溶液（体积分数）。

4.4 磷酸二氢钠。

4.5 磷酸溶液（0.5%）：准确量取 5 mL 磷酸于 1 L 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀后备用。

4.6 20%乙腈水溶液：准确量取 20 mL 乙腈和 80 mL 水，混匀后备用。

4.7 80%乙腈水溶液：准确量取 80 mL 乙腈和 20 mL 水，混匀后备用。

4.8 苯酚磺酸锌标准物质：分子式 $C_{12}H_{10}O_8S_2Zn$ ，CAS 号 127-82-2，纯度不小于 99%，结构式参见附录 A 的图 A.1。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱（HPLC）仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 pH 计：范围 0.00～14.00，精度 ±0.01。

5.3 分析天平：感量为 0.000 01 g 和 0.000 1 g。

- 5.4 离心机:转速不低于 5 000 r/min。
- 5.5 超声波水浴。
- 5.6 具塞锥形瓶:50 mL。
- 5.7 具塞塑料离心管:10 mL。
- 5.8 微孔滤膜:0.45 μm ,PTFE。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 水剂类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 20%乙腈水溶液(4.6),超声提取 30 min。取部分溶液转移至 10 mL 具塞塑料离心管中,以 5 000 r/min 离心 10 min,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,供高效液相色谱测定。

6.1.2 香波类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 20%乙腈水溶液(4.6),超声提取 30 min。取部分溶液转移至 10 mL 具塞塑料离心管中,以 5 000 r/min 离心 10 min,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,供高效液相色谱测定。

6.1.3 膏霜类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 80%乙腈水溶液(4.7),超声提取 30 min。取部分溶液转移至 10 mL 具塞塑料离心管中,以 5 000 r/min 离心 10 min,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,供高效液相色谱测定。

6.1.4 蜡基类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 1.5 mL 四氢呋喃(4.2),超声提取 10 min,再加 80%乙腈水溶液(4.7)至 15 mL,超声提取 30 min。取部分溶液转移至 10 mL 具塞塑料离心管中,以 5 000 r/min 离心 15 min,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,供高效液相色谱测定。

6.1.5 散粉类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 80%乙腈水溶液(4.7),超声提取 30 min。取部分溶液转移至 10 mL 具塞塑料离心管中,以 5 000 r/min 离心 10 min,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,供高效液相色谱测定。

6.2 测定条件

高效液相色谱测定的参考条件如下:

- a) 色谱柱:Kromasil C₁₈, 5 μm , 250 mm $\times$ 4.6 mm(内径),或相当者;
- b) 流动相:乙腈+0.025 mol/L 磷酸二氢钠溶液(含 0.005 mol/L 四丁基氢氧化铵,用磷酸溶液(4.5)调至 pH2.5)=20+80(体积比);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;

- e) 检测波长:230 nm;
- f) 进样量:10 μL 。

6.3 标准曲线的绘制

用流动相溶液[6.2.b)]将苯酚磺酸锌标准储备溶液逐级稀释得到的浓度为 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液,按 6.2 的测定条件浓度由低到高进样测定,以峰面积-浓度作图,得到标准曲线回归方程。

苯酚磺酸锌标准品色谱图参见图 A.2。

6.4 测定

按 6.2 的测定条件对待测样液进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,可从标准曲线上由色谱峰的峰面积计算相应的苯酚磺酸锌浓度。待测样液中苯酚磺酸锌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分析。

6.5 定性确证

高效液相色谱仪对样品进行定性测定,进行样品测定时,如果检出被测苯酚磺酸锌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与标准品的紫外吸收光谱相一致,则可初步确认样品中存在被测苯酚磺酸锌。必要时,需用其他方法进行确认试验。

苯酚磺酸锌标准品紫外吸收光谱图参见图 A.3。

6.6 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

结果按式(1)计算,计算结果保留两位小数,计算结果应扣除空白值:

$$w = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w ——试样中被测苯酚磺酸锌的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——从标准工作曲线上查出的样液中苯酚磺酸锌的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

8 检出限和定量限

苯酚磺酸锌的检出限和定量限:水剂类和香波类样品中检出限为 24 mg/kg ,定量限为 30 mg/kg ;膏霜类和蜡基类样品中检出限为 120 mg/kg ,定量限为 140 mg/kg ;散粉类样品中检出限为 60 mg/kg ,定量限为 90 mg/kg 。

9 回收率和精密度

在添加浓度 24 mg/kg ~360 mg/kg 的范围内,回收率在 93.6%~99.1%之间,相对标准偏差在

0.6%~3.9%。

10 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应超过算术平均值的10%。



附录 A

(资料性附录)

苯酚磺酸锌标准品的结构式、高效液相色谱图和紫外吸收光谱图

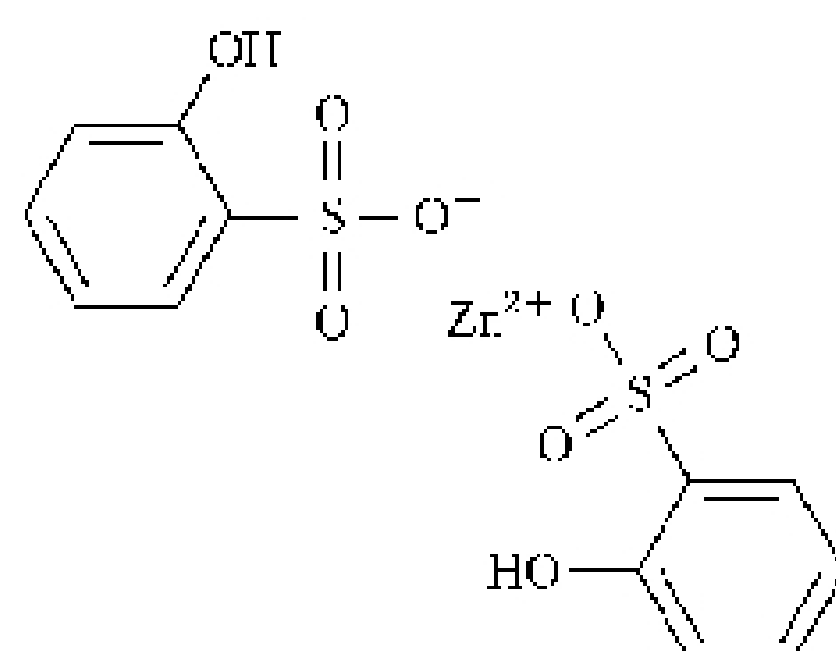


图 A.1 苯酚磺酸锌标准品的结构式

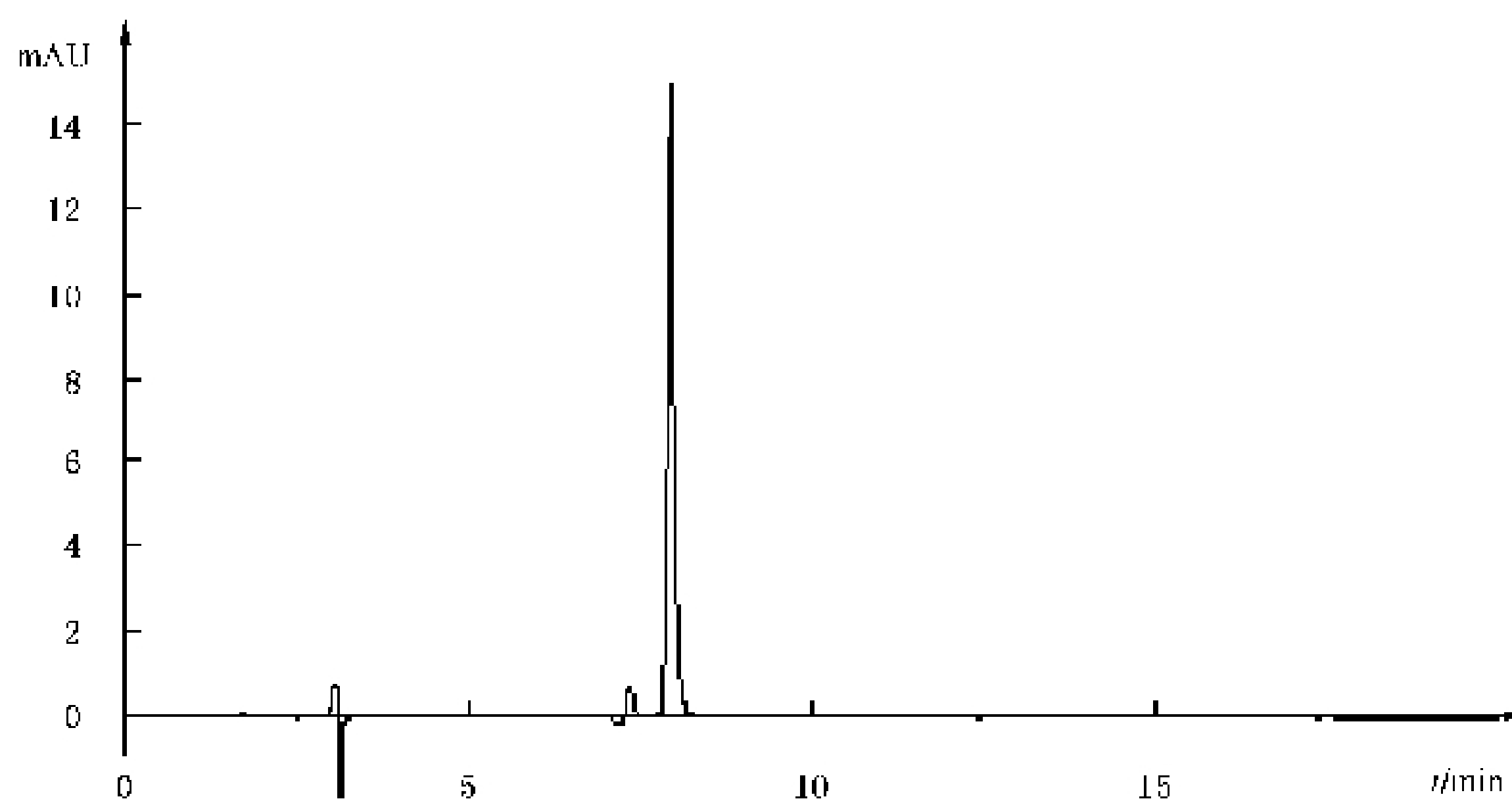


图 A.2 苯酚磺酸锌标准品的高效液相色谱图

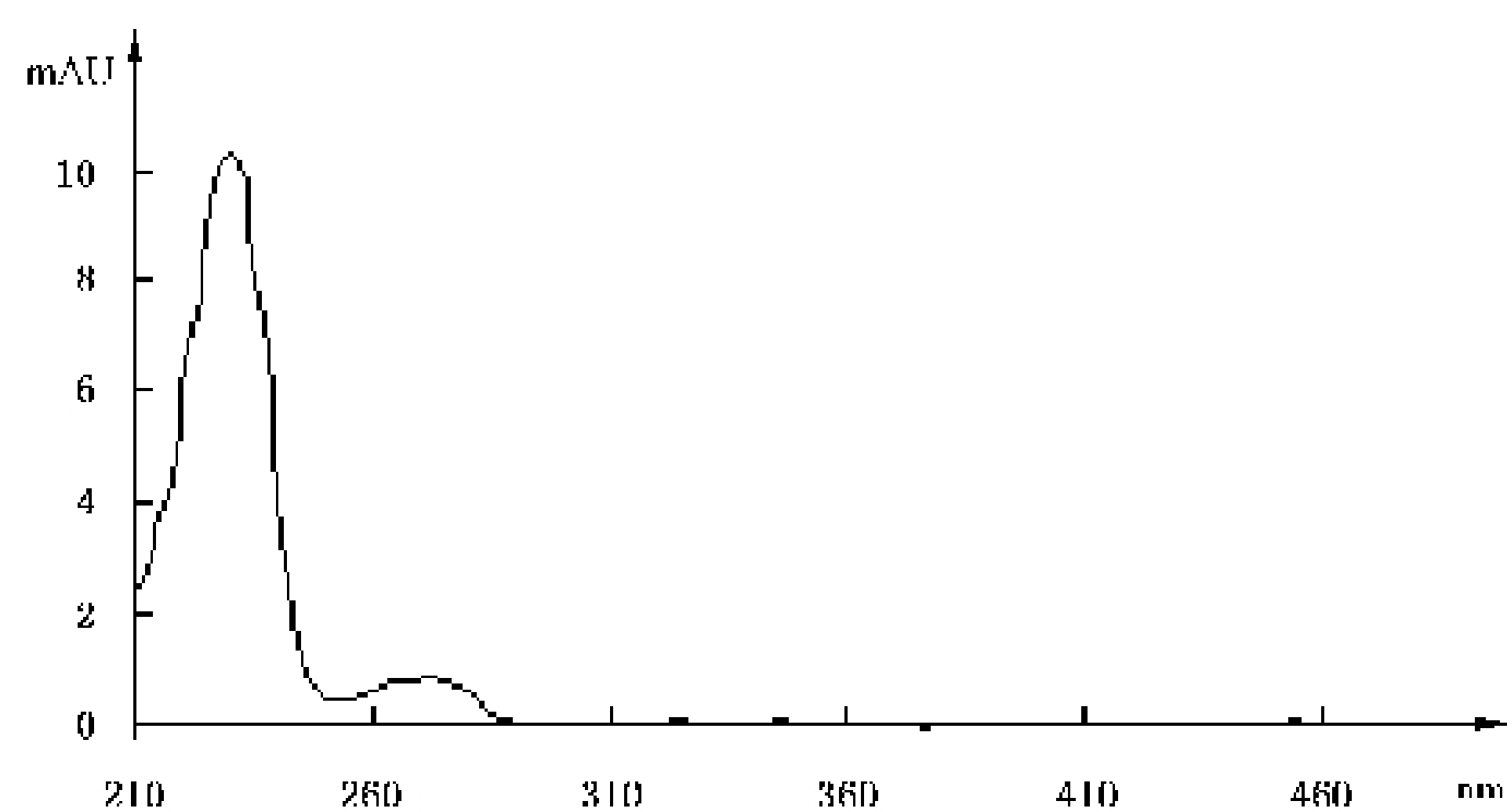


图 A.3 苯酚磺酸锌标准品的紫外吸收光谱图