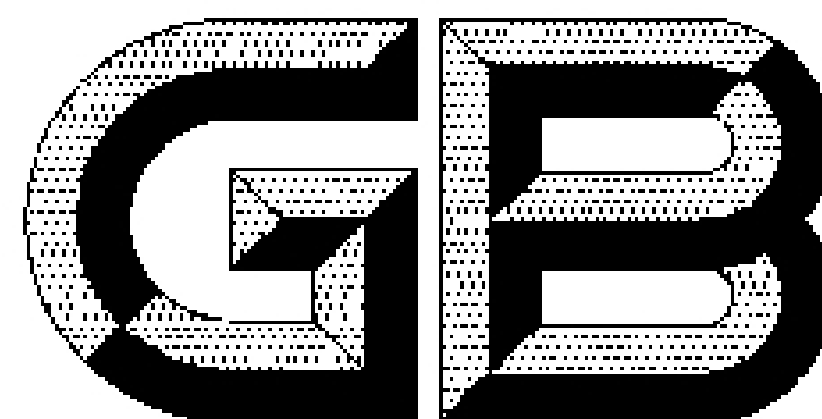




中华人民共和国国家标准

GB/T 30933—2014

化妆品中防晒剂 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的测定 高效液相色谱法

Determination of diethylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoate as
sunscreen agent 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。

本标准主要起草人：段文锋、虞成华、陆志芸、印杰、朱伟、宁啸骏。



化妆品中防晒剂 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中防晒剂二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于膏霜、乳、液、蜡质类化妆品中防晒剂二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的测定。
本标准对于二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的检出限为 0.015%，定量限为 0.05%。

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

试样以甲醇或四氢呋喃为溶剂，超声提取、离心，0.45 μm 的有机滤膜过滤，溶液注入配有二极管阵列检测器(DAD)的高效液相色谱仪检测，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 甲醇：色谱纯。

4.2 四氢呋喃：色谱纯。

4.3 甲醇水溶液：甲醇+水=80+20(体积比)。

4.4 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准品：纯度不小于 99.0%，CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A。

4.5 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准储备液：准确称取二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准品 0.1 g，精确到 0.000 1 g，于 100 mL 的容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，即得二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯溶液浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液。冰箱冷藏保存。

4.6 标准工作溶液：用甲醇水溶液(4.3)将上述标准储备液(4.5)分别配成一系列浓度 0.5 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L 的标准工作溶液，冰箱冷藏保存，可使用一周。

5 仪器

5.1 液相色谱仪：配有二极管阵列检测器。

5.2 分析天平：精确度为 0.1 mg。

- 5.3 超声波清洗器。
- 5.4 离心机:大于 5 000 r/min。
- 5.5 溶剂过滤器和 0.45 μm 有机过滤膜。
- 5.6 具塞比色管:25 mL。

6 测定步骤

6.1 样品处理

6.1.1 不含蜡质的化妆品如膏霜、乳液、香波类等

准确称取防晒化妆品约 0.25 g(精确到 0.001 g)于 25 mL 具塞比色管中,加入甲醇(4.1)约 20 mL,涡旋 1 min,超声振荡 30 min,静置待其冷却到室温,用甲醇定容至刻度,混匀。以 5 000 r/min 离心 10 min,准确量取上清液 1.00 mL,于 10 mL 容量瓶中,用甲醇水溶液(4.3)稀释至刻度,混匀后,经 0.45 μm 有机滤膜过滤,滤液待测定用。

6.1.2 含蜡质的化妆品如唇膏、口红等

准确称取防晒化妆品约 0.25 g(精确到 0.001 g)于 25 mL 具塞比色管中,加入四氢呋喃(4.2)约 20 mL,涡旋 1 min,超声振荡 30 min,静置待其冷却到室温,用四氢呋喃定容至刻度,混匀。以 5 000 r/min 离心 10 min,准确量取上清液 1.00 mL,于 10 mL 容量瓶中,用四氢呋喃稀释至刻度,混匀后,经 0.45 μm 有机滤膜过滤,滤液待测定用。

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(i.d.),粒径 5 μm 或其他性能相当者;
- b) 流动相:梯度洗脱条件见表 1;



表 1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	水/%	甲醇/%
0.0	20	80
10.0	0	100
20.0	0	100
21.0	20	80
25.0	20	80

- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测波长:355 nm;
- f) 进样量:20 μL 。

6.3 标准工作曲线绘制

分别吸取 20 μL 标准工作溶液(4.6)注入高效液相色谱仪,按色谱条件(6.2)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作图,绘制标准工作曲线。

二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准物质液相色谱图参见附录 B。

6.4 试样测定

准确吸取 20 μL 试样溶液(6.1)注入高效液相色谱仪,按色谱条件(6.2)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曲线上求出相应的二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯浓度。试样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。被测物含量高的试样可取适量试样溶液用流动相稀释后进行测定。

6.5 定性确认

液相色谱仪对样品进行定性测定,进行样品测定时,如果检出二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯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,该物质的紫外吸收图谱与标准品的紫外吸收图谱相一致,则可初步确认样品中存在二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯。必要时,阳性样品需用其他方法进行确认试验。

6.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

6.7 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7 结果计算

结果按式(1)计算(计算结果应扣除空白值):

$$X = \frac{c \times V}{m} \times 10^{-4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的质量分数,%;

c ——从标准曲线查得二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的浓度,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)。

8 方法检出限与定量限

二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的检出限为 0.015%,定量限为 0.05%。

9 回收率与精密度



在添加浓度 0.05%~10.0%范围内,回收率在 90%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

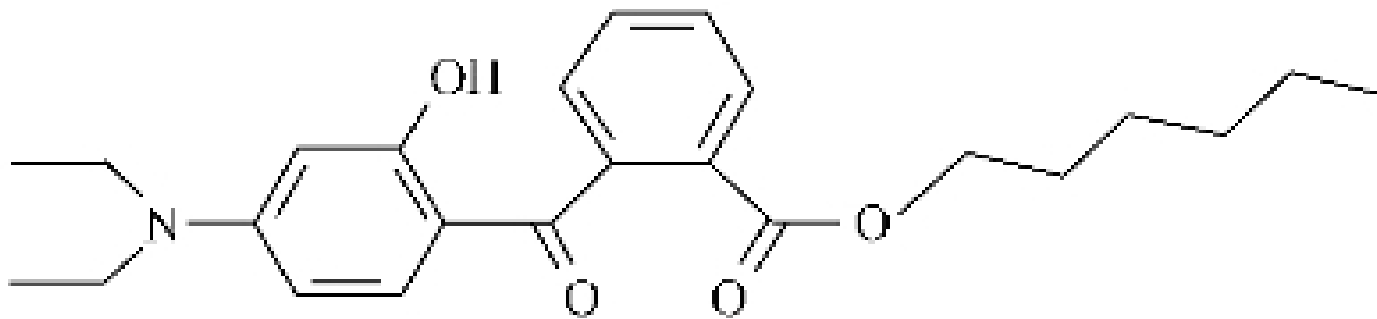
10 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)

二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

表 A.1 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

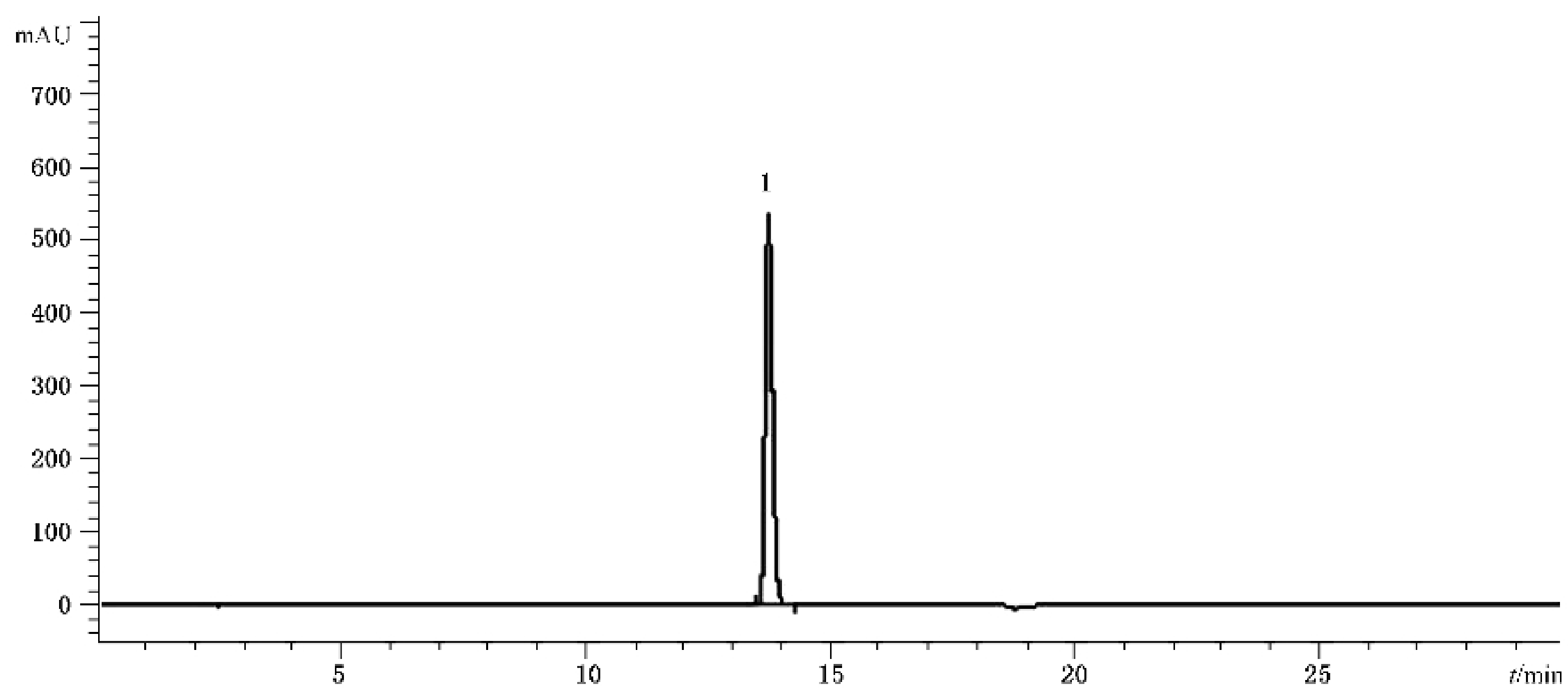
中文名称	二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯
英文名称	Benzoic acid, 2-[4-(diethylamino)-2-hydroxybenzoyl]-, hexyl ester
INCI 名称	Diethylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoate
CAS 号	302776-68-7
分子式	C ₂₄ H ₃₁ NO ₄
相对分子质量	397.507
结构式	



附录 B

(资料性附录)

二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准物质液相色谱图



说明：

1——二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯(13.734 min)。

图 B.1 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准物质液相色谱图