



中华人民共和国国家标准

GB/T 31408—2015

染发剂中非那西丁的测定 液相色谱法

Determination of phenacetin in hair dye—
Liquid chromatography method

2015-05-15 发布

2015-09-30 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。

本标准由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本标准起草单位：广州质量监督检测研究院、肇庆迪彩日化科技有限公司、广州市白云联佳精细化工厂、国家化妆品质量监督检验中心(广州)、福建省产品质量检验研究院、河北省食品质量监督检验研究院、浙江省质量检测科学研究院、广东圣薇娜精细化工有限公司。

本标准起草人：谢文斌、陈立伟、吴玉銮、党华、罗海英、黄宇锋、郭长虹、韩婉清、冼燕萍、戴明、张岩、何乔桑、汪毅、王斌、湛宏学、姜福全、赵劲松。



染发剂中非那西丁的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了染发剂中非那西丁的液相色谱测定方法。

本标准适用于染发剂中非那西丁的测定。

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

试样中的非那西丁经甲醇水溶液提取,用液相色谱测定,外标法定量。

4 仪器和材料

4.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 正己烷:分析纯。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 非那西丁标准物质:纯度 $\geq 99\%$;CAS:62-44-2。

4.6 70%甲醇水溶液: $V_{\text{甲醇}} + V_{\text{水}} = 7 + 3$ 。

4.7 标准贮备液(5.0 mg/mL):准确称取标准物质(4.5) 50.0 mg,用70%甲醇水溶液(4.6)溶解并定容至10 mL。

4.8 标准工作液:移取适量标准贮备液(4.7),用70%甲醇水溶液(4.6)逐级稀释成质量浓度分别为0 $\mu\text{g/mL}$,0.5 $\mu\text{g/mL}$,2.0 $\mu\text{g/mL}$,10.0 $\mu\text{g/mL}$,20.0 $\mu\text{g/mL}$,50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作液。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪或超高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器。

5.2 分析天平:精度为0.1 mg。

5.3 涡旋振荡器。

5.4 超声波清洗仪:超声功率250 W。

5.5 离心机:转速不低于2 500 r/min。

5.6 滤膜:尼龙滤膜,孔径0.22 μm 。



6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 染发膏

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于刻度玻璃试管中,加入 5 mL~7 mL 70% 甲醇水溶液(4.6),涡旋振荡混匀,超声提取 20 min,定容至 10 mL,2 500 r/min 离心 4 min,取 2 mL 提取液转移至另一支 10 mL 玻璃试管中,加入 3 mL 正己烷(4.3),涡旋振荡 1 min,2 500 r/min 离心 4 min,取下层清液过 0.22 μm 滤膜,待测。

6.1.2 染发粉

称取试样 0.05 g(精确至 0.000 1 g)于刻度玻璃试管中,加入 5 mL~7 mL 70% 甲醇水溶液(4.6),涡旋振荡溶解,超声提取 20 min,定容至 10 mL,2 500 r/min 离心 4 min,取上层清液过 0.22 μm 滤膜,待测。

6.2 测定

6.2.1 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} , 150 mm $\times$ 4.6 mm(内径), 5 μm , 或相当者;
- b) 流动相: 乙腈和水, $V_{\text{乙腈}} + V_{\text{水}} = 3 + 7$, 等度洗脱;
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 温度: 25 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测波长: 247 nm;
- f) 进样量: 10 μL 。

6.2.2 超高效液相色谱参考条件

超高效液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: 亚乙基桥杂化 C_{18} 键合硅胶柱(BEH C_{18}), 50 mm $\times$ 2.1 mm(内径), 1.7 μm , 或相当者;
- b) 流动相: 乙腈和水, $V_{\text{乙腈}} + V_{\text{水}} = 2 + 8$, 等度洗脱;
- c) 流速: 0.3 mL/min;
- d) 温度: 25 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测波长: 247 nm;
- f) 进样量: 7 μL 。

6.2.3 液相色谱测定

分别测定系列标准工作液(4.8)和试样溶液。以非那西丁的浓度为横坐标、相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

试样溶液中的非那西丁根据保留时间和紫外吸收光谱图定性。由试样溶液的峰面积,从标准曲线上查出对应的非那西丁的浓度。试样溶液中非那西丁的响应值应在标准曲线的线性范围内,超出线性范围的试样溶液需用 70% 甲醇水溶液(4.6)稀释后再测定。

非那西丁标准溶液的高效液相色谱图和超高效液相色谱图参见附录 A。

6.3 平行试验

按 6.1~6.2 对同一试样进行平行试验。

6.4 空白试验

除不加入试样外,均按 6.1~6.2 进行测定。

6.5 添加试验

选取代表性基质试样,添加一定浓度的标准工作液,混合均匀,在室温下放置 30 min,然后按 6.1~6.2 进行测定,计算回收率。

7 计算

按式(1)计算试样中非那西丁的含量。

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times f \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——试样中非那西丁的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试样溶液中非那西丁峰面积对应的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白试样中非那西丁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

f ——回收率,%。

计算结果保留 2 位有效数字。

8 检出限

8.1 染发膏:高效液相色谱法的检出限为 3 mg/kg,超高效液相色谱法的检出限为 1 mg/kg。

8.2 染发粉:高效液相色谱法的检出限为 30 mg/kg,超高效液相色谱法的检出限为 10 mg/kg。

9 精密度

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)
非那西丁的液相色谱图

非那西丁标准溶液的高效液相色谱图见图 A.1,超高效液相色谱图见图 A.2。

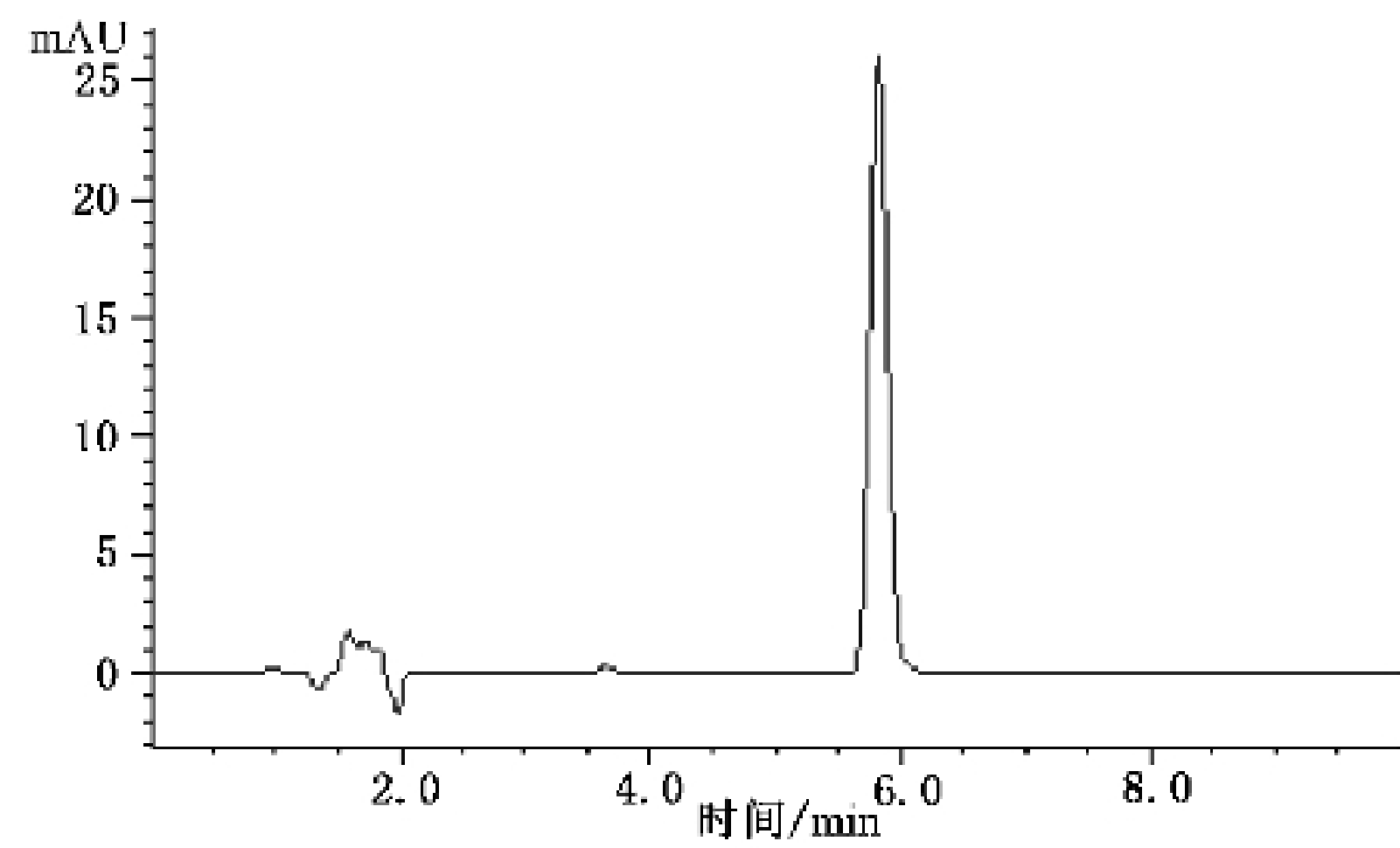


图 A.1 非那西丁标准溶液的高效液相色谱图

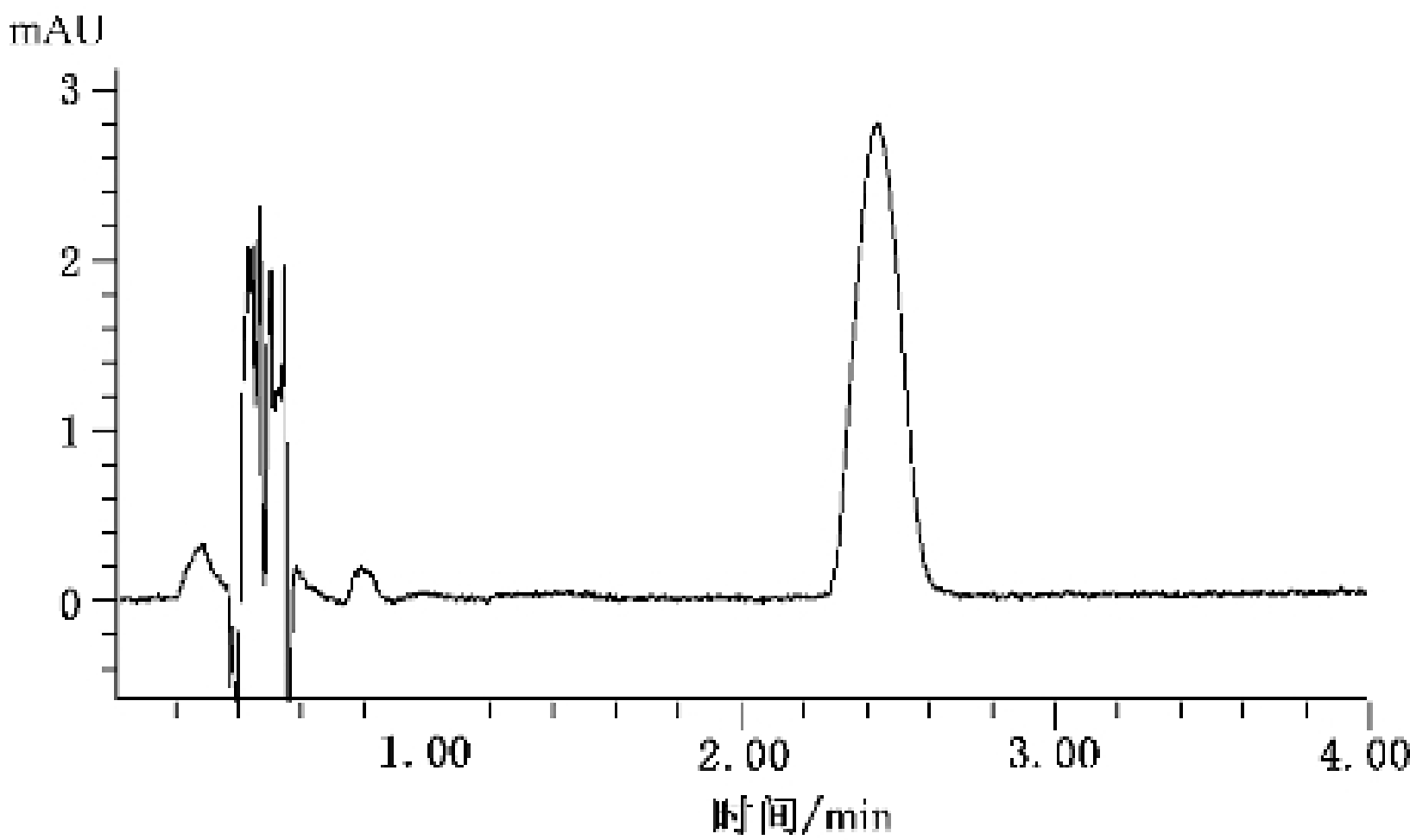


图 A.2 非那西丁标准溶液的超高效液相色谱图
