

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1499—2004

SN/T 1499—2004

化妆品中曲酸的检测方法 液相色谱法

Determination of kojic acid in cosmetics—
Liquid chromatography

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
化妆品中曲酸的检测方法
液相色谱法
SN/T 1499—2004

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

*

书号: 155066·2-16097 定价 6.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



SN/T 1499-2004

2004-11-17 发布

2005-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

5.2.2 标准工作曲线绘制

准确移取曲酸标准储备液 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 到一系列 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取 10 μ L 溶液注入液相色谱仪进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图参见附录 A。

5.2.3 试样的测定

用微量进样器准确吸取 10 μ L 试样溶液(5.1)注入液相色谱仪进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。以其保留时间定性,峰面积定量。曲酸含量高的试样可取适当试样溶液用水稀释后进行测定。

6 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果表示到小数点后两位:

$$W = \frac{c \cdot V}{1\,000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W ——化妆品中曲酸的含量,%;

c ——从标准工作曲线上查出的试样溶液中曲酸的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样溶液定容体积,单位为升(L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

7 回收率和测定低限

7.1 回收率的实验数据

曲酸浓度在 0.02%~3.00% 范围,回收率在 98.50%~116.4% 之间。

7.2 测定低限

本方法对曲酸的测定低限为 0.000 5%。

8 精密度

曲酸含量在 0.02%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 0.28%;

曲酸含量在 0.50%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 3.14%;

曲酸含量在 1.00%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 2.58%;

曲酸含量在 2.00%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 3.10%。

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中国检验检疫科学研究院负责起草。

本标准主要起草人:柳松、林远辉、陈伟。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

化妆品中曲酸的检测方法 液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中曲酸的液相色谱检测方法。

本标准适用于化妆品中曲酸的检测。

2 原理

化妆品中的曲酸用水提取,过滤后,采用反相高效液相色谱技术进行分离、测定。根据其保留时间定性,标准工作曲线法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为二次去离子水。

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 磷酸二氢钾:0.02 mol/L

3.3 曲酸:纯度 $\geq 99\%$;

3.4 曲酸标准储备液(200 mg/L):称取0.02 g曲酸,精确到0.1 mg,于50 mL烧杯中,加适量水溶解,溶液定量移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

4.1 液相色谱仪,配有紫外检测器。

4.2 微量进样器,10 μ L。

4.3 超声波清洗器。

4.4 离心机,12 000 r/min。

4.5 溶剂过滤器和0.45 μ m过滤膜。

5 测定步骤

5.1 试样的处理

称取化妆品试样约0.5 g,精确到1 mg,于50 mL具塞锥形瓶中,加入20 mL水,在超声波清洗器中超声震荡20 min,将溶液移入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。取部分溶液放入离心管中,在离心机上于12 000 r/min离心10 min,离心后的上清液经0.45 μ m滤膜过滤,滤液待测定用。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 色谱柱:ODS C₁₈柱[250 mm \times 4.6 mm(内径),5 μ m,或相当者]。

5.2.1.2 流动相:甲醇:0.02 mol/L磷酸二氢钾=18:82(体积分数)。

5.2.1.3 流速:1.0 mL/min;

5.2.1.4 检测波长:273 nm;

5.2.1.5 柱温:室温;

5.2.1.6 进样量:10 μ L。