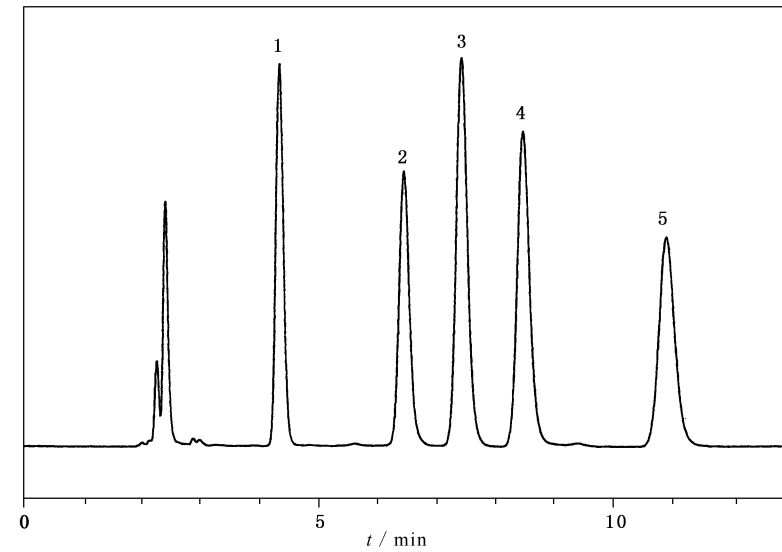


附录 A  
(资料性附录)  
标准物液相色谱图



- 1—邻苯二甲酸二正辛酯;
- 2— $\delta$ -生育酚;
- 3— $\beta$ 、 $\gamma$ -生育酚;
- 4— $\alpha$ -生育酚;
- 5— $\alpha$ -生育酚乙酸酯。

图 A.1 生育酚以及  $\alpha$ -生育酚乙酸酯的高效液相色谱分离图

化妆品中生育酚及  $\alpha$ -生育酚乙酸酯的  
检测方法 高效液相色谱法

Determination of tocopherol and  $\alpha$ -tocopheryl acetate in cosmetics—  
High performance liquid chromatography



SN/T 1496-2004

版权专有 侵权必究

书号:155066·2-16094

定价: 6.00 元

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

## 7 回收率及测定低限

### 7.1 回收率

生育酚浓度在 0.050%~1.000% 范围,回收率在 90%~104% 之间。

$\alpha$ -生育酚乙酸酯浓度在 0.050%~1.000% 范围,回收率在 94%~108% 之间。

### 7.2 测定低限

本方法对生育酚的测定低限为 0.001%,对  $\alpha$ -生育酚乙酸酯的测定低限为 0.001%。

## 8 精密度

测定次数  $n=10$

生育酚和  $\alpha$ -生育酚乙酸酯含量在 0.050%,测定结果的相对标准偏差分别为 2.8%,2.7%。

生育酚和  $\alpha$ -生育酚乙酸酯含量在 0.200%,测定结果的相对标准偏差分别为 1.5%,2.6%。

生育酚和  $\alpha$ -生育酚乙酸酯含量在 1.000%,测定结果的相对标准偏差分别为 1.5%,1.3%。

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
化妆品中生育酚及  $\alpha$ -生育酚乙酸酯的  
检测方法 高效液相色谱法  
SN/T 1496—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.bzcb.com](http://www.bzcb.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 8 千字

2005 年 2 月第一版 2005 年 2 月第一次印刷

\*

书号:155066·2-16094 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

## 5 测定步骤

### 5.1 提取

称取混合均匀的试样约 0.45 g(精确到 0.1 mg)于 50 mL 锥形瓶中,分别加入 3 mL 邻苯二甲酸二正辛酯内标液(3.13),3 mL 乙醇和 3 mL 乙醚,振荡至样品均匀溶解。离心,取上清液供液相色谱测定。

### 5.2 生育酚及 $\alpha$ -生育酚乙酸酯标准溶液的制备

准确吸取生育酚及  $\alpha$ -生育酚乙酸酯标准储备液 1 mL(3.11),再加入 2 mL 正己烷,3 mL 乙醇,3 mL 乙醚,摇匀,供液相色谱仪分析。

### 5.3 测定

#### 5.3.1 色谱条件

5.3.1.1 色谱柱:  $C_{18}$  不锈钢柱 250 mm $\times$ 4.6 mm(内径),填料为 ODS,粒径为 5  $\mu$ m。

5.3.1.2 流动相:甲醇。

5.3.1.3 流速:1.5 mL/min。

5.3.1.4 检测波长:280 nm。

5.3.1.5 柱温:室温。

5.3.1.6 进样量:10  $\mu$ L。

#### 5.3.2 标准的色谱测定

用微量进样器准确吸取标准工作溶液(5.2)10  $\mu$ L 注入液相色谱仪。按照色谱条件(5.3.1)进行测定,标准色谱图参见附录 A。

#### 5.3.3 样品的测定

用微量进样器准确吸取样品溶液(5.1)10  $\mu$ L 注入液相色谱仪。按照色谱条件(5.3.1)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。

## 6 结果计算

结果按式(1)、式(2)计算:

$$f_i = \frac{A_{ss} \cdot W_{si}}{A_{si} \cdot W_{ss}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$f_i$ ——生育酚、 $\alpha$ -生育酚乙酸酯相对内标的相对校正因子;

$A_{ss}$ ——标准溶液中内标的峰面积;

$W_{si}$ ——标准溶液中生育酚、 $\alpha$ -生育酚乙酸酯的质量,单位为克(g);

$A_{si}$ ——生育酚、 $\alpha$ -生育酚乙酸酯的峰面积;

$W_{ss}$ ——标准溶液中内标的质量,单位为克(g)。

$$X_i = f_i \frac{W_s \cdot A_i}{W \cdot A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X_i$ ——样品中生育酚、 $\alpha$ -生育酚乙酸酯的质量分数;

$W_s$ ——样品溶液中内标的质量,单位为克(g);

$A_i$ ——样品溶液中生育酚、 $\alpha$ -生育酚乙酸酯的峰面积;

$W$ ——称取样品的质量,单位为克(g);

$A_s$ ——样品溶液中内标的峰面积。

化妆品中生育酚总质量分数为  $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚、 $\delta$ -生育酚质量分数之和。

注:  $\beta$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚在本标准方法条件下为一个峰,按一种物质计算质量分数  $X_{\beta\gamma}$ 。

## 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:李翔、王星、丁岩、蔡天培、王超。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。