

## 化妆品中邻苯二胺和间苯二胺的测定 GB/T24800.12-2009

### 1、适用范围

本标准规定了化妆品中邻苯二胺和间苯二胺的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于化妆品中邻苯二胺和间苯二胺的测定。（本实验样品为化妆水）

参考标准：《GB/T 24800.12-2009 化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 2%亚硫酸钠溶液：称取 1.0g 亚硫酸钠，加入 50mL 水溶解。
- 2) 三乙醇胺磷酸缓冲溶液：量取 10mL 三乙醇胺，1000mL 水，混匀，再用磷酸调 pH7.7，经 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤。
- 3) 邻苯二胺标准储备液：称取 5mg 邻苯二胺标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 $\mu$ g/mL 的标准储备液。
- 4) 间苯二胺标准储备液：称取 5mg 间苯二胺标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 $\mu$ g/mL 的标准储备液。
- 5) 混合标准工作液：吸取 0.5mL 邻苯二胺标准储备液和 0.5mL 间苯二胺标准储备液，混合，并用甲醇定容至 10mL，配制成 25 $\mu$ g/mL 的混合标准工作液。

### 3、提取步骤

准确称取 0.4g 化妆品试样（精确至 0.01g）于 15 mL 离心管中，加入 0.2mL 2%亚硫酸钠溶液、5mL 甲醇，涡旋 30s，再加入 3mL 甲醇，混匀，超声提取 15min，用甲醇定容至 10mL。充分混匀后，再 6000r/min 离心 10min，取上层清液 1.0mL 于另一只 15mL 离心管中，在 40 $^{\circ}$ C 下氮吹至近干，再加入 1.0mL 流动相（三乙



醇胺磷酸缓冲溶液：乙腈=97：3）复溶，经 0.22 $\mu$ m 微孔滤膜过滤，滤液作为待测样液。

#### 4、注意事项

- 1) 加标水平：0.4g 样品中加入 1.0mL 25 $\mu$ g/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 62.5mg/kg，最终机度数为 2.5 $\mu$ g/mL。
- 2) 若提取过程难以获得上清液，可加入氯化钠破乳。

#### 5、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® LP-C18，4.6 $\times$ 250mm,5 $\mu$ m

流动相：三乙醇胺磷酸缓冲溶液+乙腈（97+3），等度洗脱

流速：1.0mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 $\mu$ L

检测波长：280nm

#### 6、色谱图或者加标回收率结果



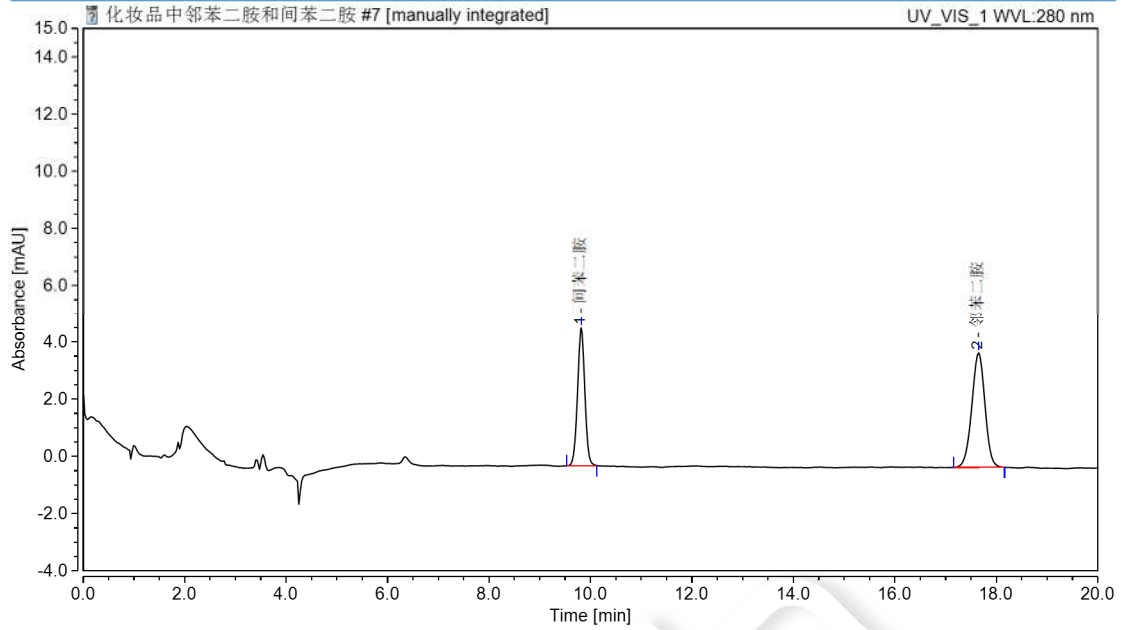


图 1.邻苯二胺和间苯二胺混标 2.5 $\mu$ g/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)
间苯二胺	9.817	0.8044	4.82	40.09	1.01	22847
邻苯二胺	17.648	1.2020	4.01	59.91	0.98	22576

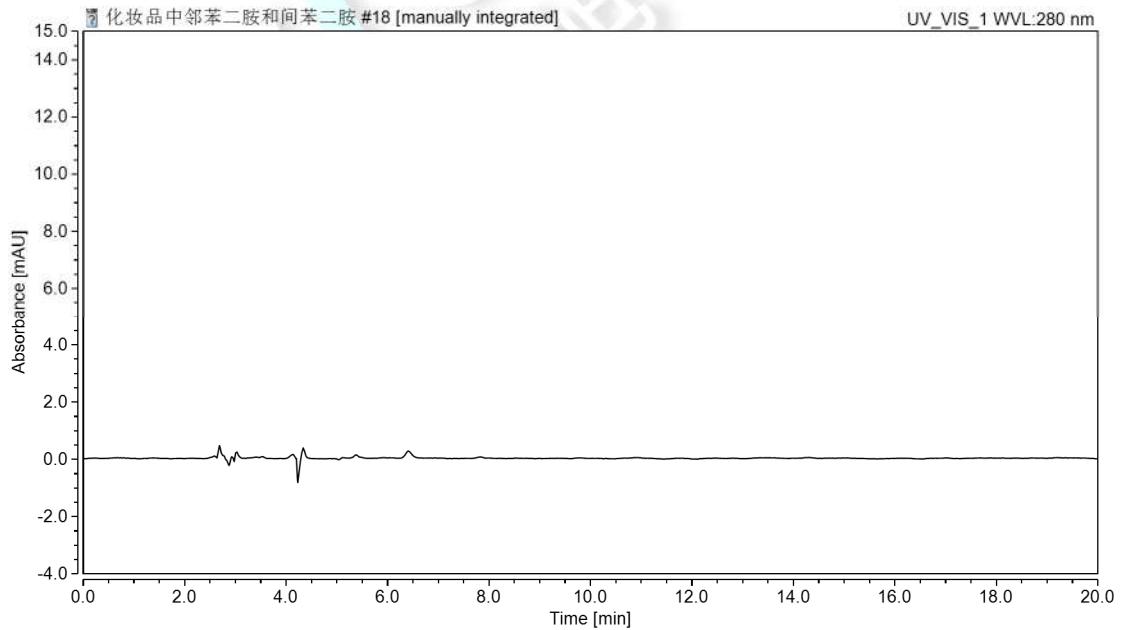


图 2.化妆品样品空白图谱



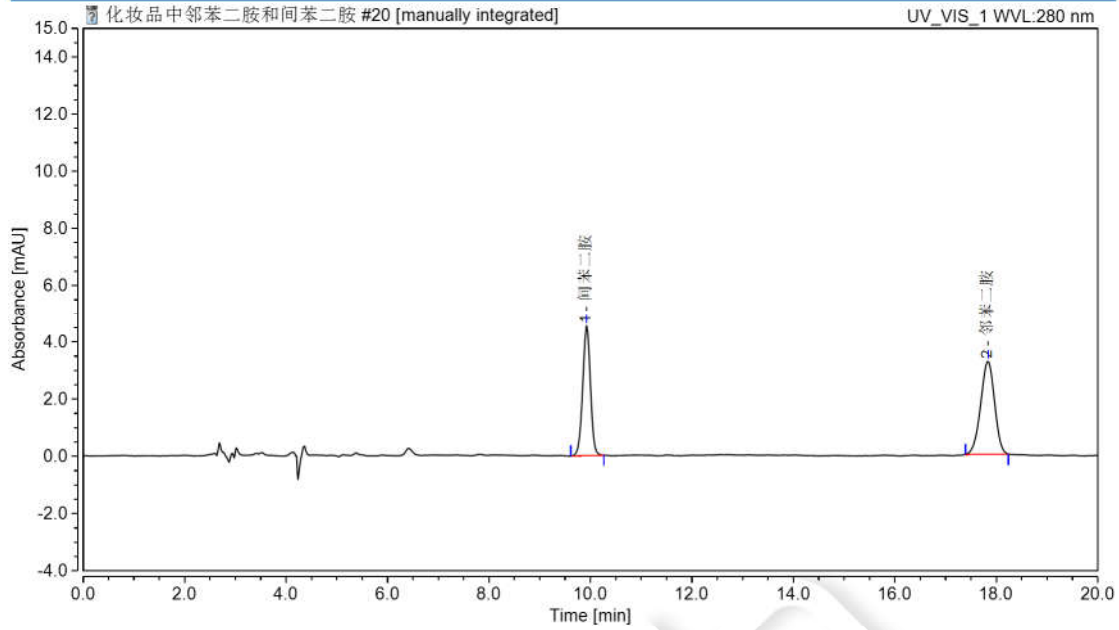


图 3.化妆品样品加标 62.5mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
间苯二甲胺	62.5mg/kg	99.38%	0.88%
邻苯二甲胺	62.5mg/kg	88.74%	3.41%

## 7、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg, 袋装,未灭菌, 15mL, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk



00208-31043	液相色谱柱	Ultimate® LP-C18,4.6×250mm,5μm
	邻苯二胺标准品	CAS:95-54-5
	间苯二胺标准品	CAS:108-45-2

