



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3822—2014

出口化妆品中双酚 A 的测定 液相色谱荧光检测法

Determination of bisphenol A in cosmetics for export—
Liquid chromatography with fluorescence detection

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

出口化妆品中双酚 A 的测定

液相色谱荧光检测法

SN/T 3822—2014

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

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

2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

印数 1—1 300

*

书号: 155066 • 2-27649 定价 14.00 元

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孔祥虹、何强、张璐、邹阳、李建华、吴双民。

出口化妆品中双酚 A 的测定

液相色谱荧光检测法

1 范围

本标准规定了化妆品中双酚 A 的液相色谱荧光检测方法。

本标准适用于洗发膏、保湿霜、护手霜、爽肤水、精华油、爽身粉等化妆品中双酚 A 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 方法提要

试样用乙腈提取后,经氨基固相萃取柱净化,用液相色谱荧光检测法检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 二氯甲烷:色谱纯。

4.3 氯化钠。

4.4 乙酸。

4.5 无水硫酸钠:650 °C 灼烧 4 h,贮于密封容器中备用。

4.6 氯化钠溶液:取约 200 g 氯化钠,加入 500 mL 水,超声 30 min,取上清液备用。

4.7 乙酸溶液(0.1%):向 999 mL 水中加入 1 mL 乙酸,混合均匀。

4.8 乙腈-乙酸溶液(65+35,体积比):取 650 mL 乙腈和 350 mL 乙酸溶液(4.7),混合均匀。

4.9 双酚 A 标准物质(Bisphenol A, $C_{15}H_{16}O_2$, CAS:80-05-7):纯度大于等于 99%。

4.10 双酚 A 标准储备溶液:准确称取适量的双酚 A 标准物质,用乙腈制成 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液,0 °C~4 °C 保存,有效期 6 个月。

4.11 双酚 A 标准工作溶液:测定时根据需要用乙腈逐级稀释,配制成适当浓度的标准工作溶液。

4.12 氨基固相萃取柱:500 mg,3 mL,或相当者。使用前用 5 mL 二氯甲烷活化,保持柱体湿润。

4.13 微孔滤膜:0.2 μm ,有机系。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪:配有荧光检测器。

5.2 分析天平:感量 0.01 mg、0.01 g。

- 5.3 振荡器。
- 5.4 离心机:4 000 r/min。
- 5.5 固相萃取装置,带真空泵。
- 5.6 具塞离心管:50 mL。
- 5.7 减压旋转蒸发器。
- 5.8 浓缩瓶:50 mL。

6 测定步骤

6.1 提取

称取 1 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,加入 5 mL 氯化钠溶液,振摇混匀,再加入 10 mL 乙腈、10 mL 正己烷,振荡提取 10 min,4 000 r/min 离心 3 min,吸取中间层的乙腈溶液,通过装有无水硫酸钠的漏斗收集于 50 mL 浓缩瓶中,试样溶液再用 10 mL 乙腈重复提取一次,合并乙腈提取液,于 40 °C 旋转蒸发至近干,氮气吹干,准确加入 10.0 mL 二氯甲烷溶解残渣,必要时用滤纸过滤,待净化。

6.2 净化

准确吸取 5.0 mL 试样提取液,过氨基固相萃取柱,控制流速 1 mL/min~2 mL/min,待样品溶液流完后,用 5 mL 二氯甲烷淋洗固相萃取柱,弃去所有流出液,最后用 7 mL 乙腈洗脱,收集洗脱液,于 40 °C 旋转蒸发至近干,氮气吹干,用 1.00 mL 乙腈-甲酸溶液(4.8)溶解定容,过 0.2 μm 有机系微孔滤膜,供液相色谱荧光检测法检测。

6.3 测定

6.3.1 液相色谱条件

液相色谱条件如下:

- a) 色谱柱:C₁₈柱,长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm;
- b) 流动相:乙腈-乙酸溶液(4.8,体积比为 65+35)等度洗脱,使用前过滤并脱气;
- c) 柱温:40 °C;
- d) 激发波长:230 nm;发射波长:313 nm;
- e) 流速:1.0 mL/min;
- f) 进样量:20 μL。

6.3.2 液相色谱测定

根据样液中双酚 A 含量情况,选定与样液浓度相近的标准工作溶液,标准工作溶液和样液中双酚 A 的响应值均应在仪器检测线性范围内,如果样液中双酚 A 含量超出检测的线性范围,则稀释后再进样。对标准工作溶液和样液等体积分时段参插进样测定,以保留时间定性,外标法定量,在 6.3.1 给定的液相色谱荧光检测条件下,双酚 A 标准品的液相色谱图参见附录 A 中图 A.1。

6.4 空白试验

除不加试样外,均按上述检测步骤进行。

6.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中双酚 A 含量:

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中双酚 A 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中双酚 A 的色谱峰面积;

c_s ——标准工作液中双酚 A 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准工作液中双酚 A 的色谱峰面积;

m ——最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值。

7 测定低限、回收率和精密度

7.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.1 mg/kg。

7.2 回收率和精密度

双酚 A 的回收率及精密度数据参见表 1。

表 1 化妆品中双酚 A 的添加回收率及精密度数据

样品名称	加标水平/ (mg/kg)	回收率范围/%	精密度/%
洗发膏	0.1	76.3~98.9	9.3
	0.2	77.1~100.7	8.8
	0.5	77.5~103.8	8.4
保湿霜	0.1	76.1~102.0	9.3
	0.2	77.3~97.6	6.7
	0.5	79.4~103.1	8.1
护手霜	0.1	81.3~97.3	5.0
	0.2	82.0~100.1	7.8
	0.5	81.0~101.1	7.3
爽肤水	0.1	75.5~100.3	9.9
	0.2	78.9~97.9	6.6
	0.5	75.9~102.4	8.9
精华油	0.1	78.0~95.2	6.7
	0.2	81.7~98.4	6.3
	0.5	80.0~100.2	6.7
爽身粉	0.1	77.0~95.2	6.6
	0.2	79.3~96.8	7.2
	0.5	82.8~100.2	6.4

附录 A
(资料性附录)
双酚 A 标准品液相色谱图

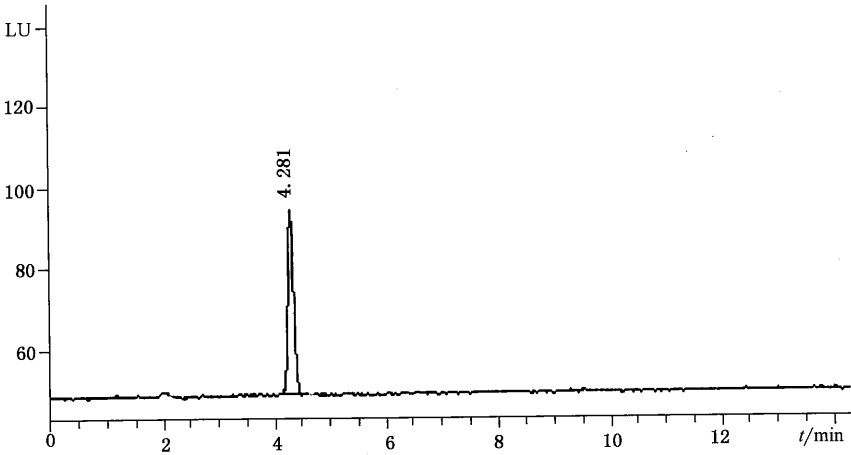
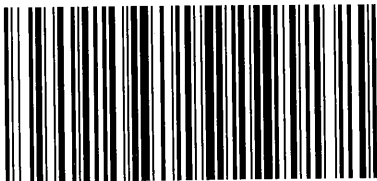


图 A.1 双酚 A 标准品液相色谱图



SN/T 3822-2014

书号:155066 • 2-27649
定价: 14.00 元