ICS 71.100.70
Y 42

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T —XXXX

唇用化妆品中对位红的测定 高效液相色谱法

Determination of Para Red in lip cosmetics—High performance liquid chromatography

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布 XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中 国 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会 发 布

前　　言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院，上海市日用化学工业研究所（国家香料香精化妆品质量监督检验中心），山东福瑞达生物工程有限公司。

本标准主要起草人：

唇用化妆品中对位红的测定　高效液相色谱法

1　范围

本标准规定了唇用化妆品中对位红的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于唇膏、唇釉、唇蜜和唇彩等唇用化妆品中对位红的测定。

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

试样经三氯甲烷分散后，用乙腈进行提取，离心过膜后，采用高效液相色谱法进行测定，保留时间定性，外标法定量。

4　试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1　对位红标准样品：纯度不小于 98%，CAS 号：6410-10-2。

4.2　三氯甲烷（$CHCl_3$）：优级纯。

4.3　乙腈（CH_3CN）：色谱纯。

4.4　流动相：乙腈:水=85:15（体积比）。

4.5　对位红标准储备液（500 μg/mL）：准确称取对位红标准样品（4.1）5.00 mg(精确至 0.01 mg)于 10 mL 容量瓶中，加入约 2 mL 三氯甲烷（4.2），待溶解后用乙腈（4.3）定容，于 4 ℃ 避光保存，有效期 3 个月。

4.6　标准工作溶液：量取适量的对位红标准储备液，用流动相（4.4）稀释成浓度分别为 0.10μg/mL、0.20μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL 的标准工作液。

5　仪器设备

5.1　高效液相色谱仪：配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

5.2　电子分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

5.3　超声波清洗器。

5.4　涡旋混合器。

5.5　离心机：转速不低于 6 000r/min。

5.6　微孔滤膜：有机相，孔径 0.45μm。

5.7　氮气吹干仪。

6　分析步骤

6.1　样品处理

称取0.5 g（精确至0.0001g）混合均匀试样于50 mL 离心管中，加入2 mL三氯甲烷（4.2），涡旋混匀，加入13 mL乙腈（4.3），超声提取10 min，6 000 r/min 离心 10 min。取5 mL上清液于40 ℃条件下氮吹浓缩至近干，用1 mL 流动相（4.4）溶解，经 0.45μm微孔滤膜（5.6）过滤，供高效液相色谱测定。

6.2　测定

6.2.1 色谱条件

液相色谱分析参考条件如下：

a) 色谱柱：C_{18}柱，250×4.6 mm（i.d.），5μm，或其他等效色谱柱；

b) 流动相（4.4）；

c) 流速：1.0 mL/min；

d) 柱温：30 ℃；

e) 进样量：10 μL

f) 检测波长：紫外检测器检测波长设为485 nm，二极管阵列检测器扫描波长设为210 nm～550 nm。

6.2.2 标准工作曲线绘制

将标准工作溶液（4.6）按色谱条件（6.2.1）进行测定，以色谱峰的峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。对位红标准溶液的典型色谱图参见附录A。

6.2.3 试样测定

将试样溶液（6.1）按色谱条件（6.2.1）进行测定，外标法定量。试样溶液中被测物的响应值均应在标准曲线的线性范围内，超出线性范围则应使用流动相（4.4）稀释后再进行分析。

6.3　空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

7　结果计算

试样中对位红的含量按式（1）计算：

$$Y = \frac{c \times V \times 1000}{m \times n \times 1000} \qquad \text{----------(1)}$$

式中：

Y------- 试样中对位红的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c------- 从标准工作曲线上查出的样液中对位红的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

V--- --- 试样提取溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

m------ 试样质量，单位为克 (g)；

n------- 试样溶液浓缩系数，为5；

1000--- 单位换算常数。

注：计算结果须扣除空白值，保留两位小数。

8　检出限和定量限

本标准方法检出限为 0.20 mg/kg；定量限为 0.60 mg/kg。

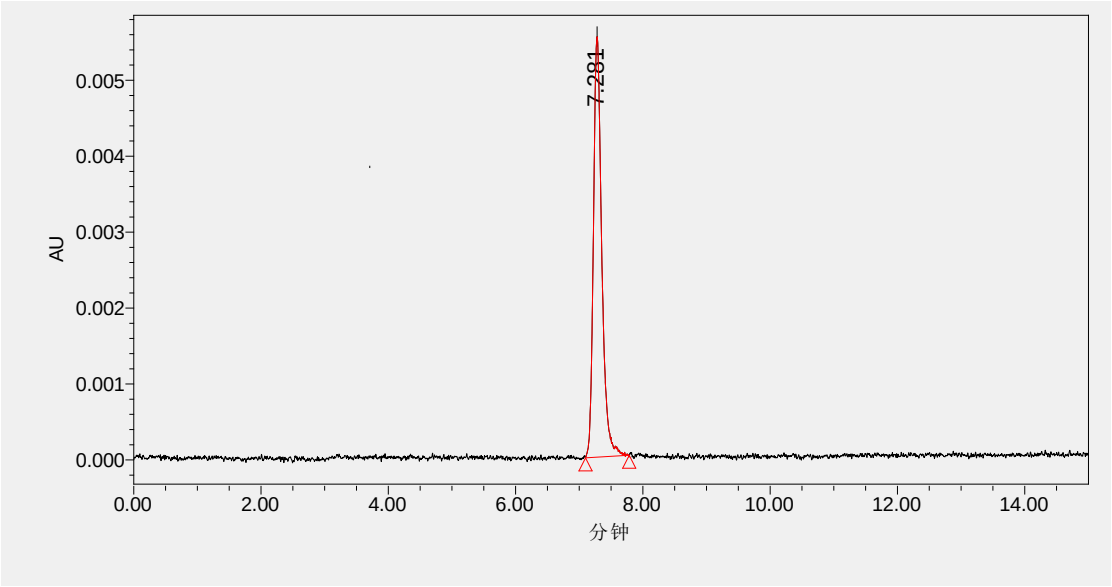
9 回收率和精密度

在添加浓度0.60 mg/kg～8.00 mg/kg 浓度范围内，回收率在94.3%～103. 8%之间，相对标准偏差小于10%。

10 允许差

在重复性条件下获得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）
对位红标准溶液的典型色谱图



图A.1 对位红标准溶液的典型色谱图