ICS 72.100.70
CCS Y42

中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—20××

化妆品中功效组分辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的测定 高效液相色谱法

Determination of capryloyl salicylic acid, phenyiethyi resorcinol, ferulic acid in cosmetics

High performance liquid chromatography

（征求意见稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC257）归口。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院（国家保洁产品质量监督检验中心）、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）。

本文件主要起草人：

化妆品中功效组分辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了美白化妆品中辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸检测的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于水剂、乳液类、膏霜类美白化妆品中辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的测定。

本文件对于辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的检出限、定量限分别为3.3 mg/kg、10 mg/kg。

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

试样经甲醇溶液涡旋振荡，超声提取，离心沉淀，分离过滤，采用反相高效液相色谱分离，二极管阵列检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.1 水，GB/T 6682，一级。

4.2 乙腈（色谱纯）。

4.3 甲醇。

4.4 辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸：含量均不小于 95 %，中英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A 表 A.1。

4.5 辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸标准储备溶液：准确称取辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸（4.4）25.0 mg 于 25 mL 的容量瓶中，用甲醇（4.3）定容至刻度。即得浓度为 1000 μg/mL 的标准储备液，-18 ℃冰箱冷冻保存，有效期为 6 个月。

4.6 辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸中间液：准确称取辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的标准储备液（4.5）10.0 mL 于 100 mL 的容量瓶中，再用甲醇（4.3）稀释至刻度，既得浓度为 100 μg/mL 的中间液。

4.7 辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸标准工作溶液：分别吸取 100 μg/mL 的中间液（4.6）0.00 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，再用甲醇（4.3）稀释至刻度，

形成浓度为 0 μg/mL 、0.5 μg/mL、1.0μg/mL、5.0μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL 标准系列溶液，现用现配。

4.8　海砂。

4.9　癸烷磺酸钠。

4.10　磷酸。

5　仪器和设备

5.1　高效液相色谱仪（二极管阵列检测器）。

5.2　分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.001g。

5.3　容量瓶：10 mL、25 mL 和 100 mL。

5.4　具塞离心刻度试管：10 mL。

5.5　超声振荡器:功率≥180 W。

5.6　离心机：转速≥10000 r/min。

5.7　聚四氟乙烯（PTFE）滤膜：孔径 0.22 μm。

5.8　涡旋振荡器。

5.9　移液管或移液器：1 mL、5 mL 和 10 mL。

6　测定步骤

6.1　样品处理

水类化妆品取样品1 g（精确至0.001 g）于刻度离心管中，加入甲醇（4.3）7 mL，涡旋振荡1 min，超声提取20 min，冷却至室温后，用甲醇（4.3）定容至10 mL，10000 r/min离心分离10 min，上清液经0.22 μm滤膜过滤。

面膜（面膜贴取面膜液）、乳液类、膏霜类化妆品取样品1 g（精确至0.001 g）于刻度离心管中，加入少量海砂（4.8），加入甲醇（4.3）7 mL，涡旋振荡1 min，超声提取20 min，冷却至室温后，用甲醇（4.3）定容至10 mL，10000 r/min离心分离10 min，上清液经0.22 μm滤膜过滤。

6.2　测定条件

高效液相色谱测定参考条件如下：

a)　色谱柱规格：C_{18} 色谱柱，250 mm×4.6 mm（粒径 5 μm），或相当者；

b)　流动相：5 mmol/L 癸烷磺酸钠溶液（含 0.1 %磷酸）（A）：乙腈（B），梯度洗脱程序见表 1；

c)　柱温：35 ℃；

d)　流动相流速：1.0 mL/min；

e)　进样量：20 μL；

f)　检测波长：辛酰水杨酸 226 nm，苯乙基间苯二酚 204 nm、阿魏酸 323 nm。

表 1 梯度洗脱程序

时间（min）	A（%）	B（%）
0.0	35	65
1.0	35	65
3.0	60	40
5.0	90	10
7.0	90	10
7.1	35	65
12.0	35	65

6.3 标准工作曲线绘制

按6.2色谱条件检测。以标准系列溶液（0 μg/mL、0.5μg/mL、1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL）的浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，进行线性回归得到标准曲线方程。

6.4 测定

按6.2的色谱条件，取6.1步骤中滤液进样，得到试样溶液的峰面积，根据保留时间和二极管阵列的光谱图定性。从标准曲线上查得试样溶液中辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的含量。试样溶液中辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应将提取液稀释后测定或增加提取溶液的量重新检测。辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的标准品色谱图和DAD光谱图见附录B。

6.5 平行试验

样品中的辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸含量应根据两次独立的平行试验结果的平均值确定。

7 结果计算

试样中辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸含量的计算按公式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000} \times k \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——试样中辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C——从标准曲线中得出的辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试样质量，单位为克（g）；

k——稀释倍数

计算结果保留三位有效数字。

8 回收率和精密度

在添加浓度为10 mg/kg~100 mg/kg的范围内，回收率在89.4 %~106.4 %之间，相对标准偏差小于10 %。

9 允许差

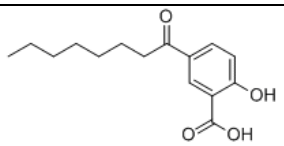
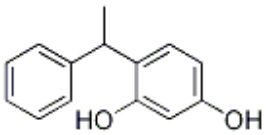
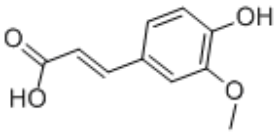
在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10 %。

附　录　A

（资料性附录）

辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的 CAS 号、分子式、相对分子量和结构式

表A.1　辛酰水杨酸、苯乙基间苯二酚、阿魏酸的 CAS 号、分子式、相对分子量和结构式

中文名称	辛酰水杨酸	苯乙基间苯二酚	阿魏酸
英文名称	5-Octanoylsalicylic acid	4-(alpha-Methylbenzyl) resorcinol	4-Hydroxy-3-methoxycinnamic acid
INCI 名称	Capryloyl salicylic acid	Phenyiethyi resorcinol	Ferulic acid
CAS 号	78418-01-6	85-27-8	1135-24-6
分子式	$C_{15}H_{20}O_4$	$C_{14}H_{14}O_2$	$C_{10}H_{10}O_4$
相对分子质量	264.32	214.26	194.18
结构式			

附　录　B

（资料性附录）

阿魏酸、苯乙基间苯二酚、辛酰水杨酸的色谱图和DAD光谱图

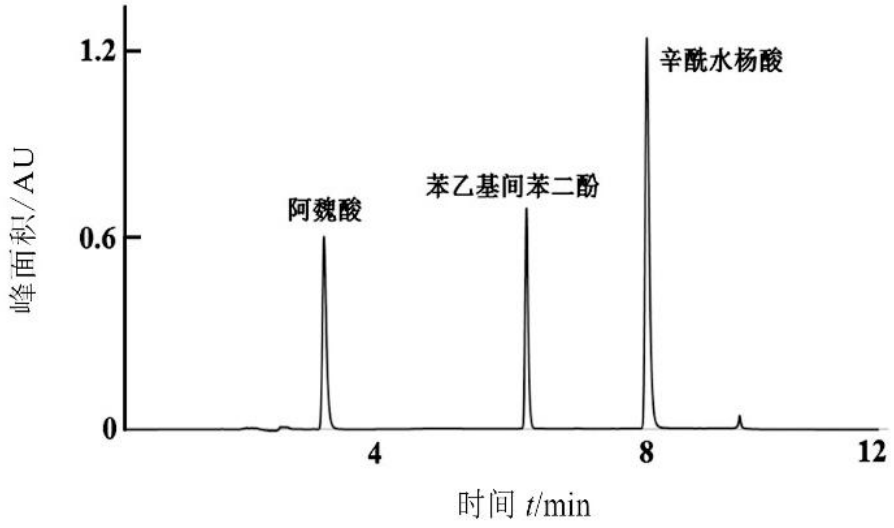


图 B.1 阿魏酸、苯乙基间苯二酚、辛酰水杨酸的标准品色谱图

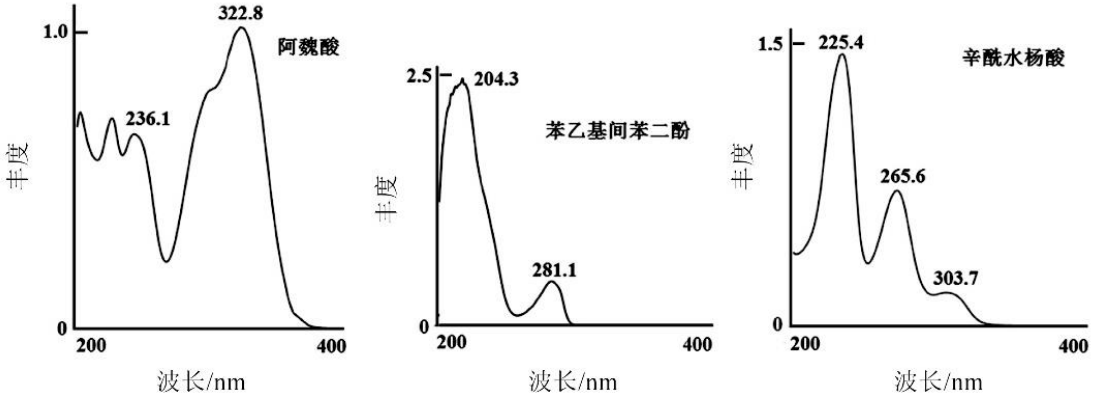


图 B.2 阿魏酸、苯乙基间苯二酚、辛酰水杨酸的DAD光谱图