



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1500—2004

化妆品中甘草酸二钾的检测方法 液相色谱法

Determination of glycyrrhizic acid dipotassium in cosmetics—
Liquid chromatography

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

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：柳松、林远辉、刘娟。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

化妆品中甘草酸二钾的检测方法

液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中甘草酸二钾的液相色谱检测方法。

本标准适用于化妆品中甘草酸二钾的检测。

2 原理

化妆品中的甘草酸二钾用甲醇提取,过滤后,采用反相高效液相色谱技术进行分离测定。根据其保留时间定性,标准工作曲线法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为二次去离子水。

3.1 甲醇,色谱纯。

3.2 乙腈,色谱纯。

3.3 磷酸二氢钾,0.02 mol/L。

3.4 甘草酸二钾,纯度 $\geq 98\%$ 。

3.5 甘草酸二钾标准储备液(1 g/L):称取 0.1 g 甘草酸二钾,精确至 0.1 mg,于 50 mL 烧杯中,加适量甲醇溶解,溶液定量移入 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀。

4 仪器

4.1 液相色谱仪,配有紫外检测器。

4.2 微量进样器,10 μ L。

4.3 超声波清洗器。

4.4 离心机,12 000 r/min。

4.5 溶剂过滤器和 0.45 μ m 过滤膜。

5 分析步骤

5.1 试样的处理

称取化妆品试样约 0.5 g,精确到 1 mg,于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 甲醇,在超声波清洗器中超声震荡 20 min,将溶液定量移入 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀。取部分溶液放入离心管中,在 12 000 r/min 离心 10 min,离心后的上清液经 0.45 μ m 滤膜过滤,滤液待测定用。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 色谱柱:ODS C_{18} 柱(250 mm $\times$ 4.6 mm(内径),5 μ m,或相当者)。

5.2.1.2 流动相:乙腈:0.02 mol/L 磷酸二氢钾=37:63(体积分数)。

5.2.1.3 流速:1.0 mL/min。

5.2.1.4 检测波长:254 nm。

5.2.1.5 柱温:室温。

5.2.1.6 进样量:10 μL 。

5.2.2 标准工作曲线绘制

准确移取甘草酸二钾标准储备液 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL到一系列 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀。取 10 μL 注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图参见附录 A。

5.2.3 试样的测定

用微量进样器准确吸取 10 μL 试样溶液(5.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)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。甘草酸二钾含量高的试样可取适量试样溶液用甲醇稀释后进行测定。

6 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果表示到小数点后两位:

$$W = \frac{c \cdot V}{1\,000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- W——化妆品中甘草酸二钾的含量,%;
- c——从标准工作曲线上查出的试样溶液中甘草酸二钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V——试样溶液定容体积,单位为升(L);
- m——试样的质量的数值,单位为克(g)。

7 方法的回收率和测定低限

7.1 回收率的实验数据

甘草酸二钾浓度在 0.50%~1.50%范围,回收率在 97.1%~100%之间。

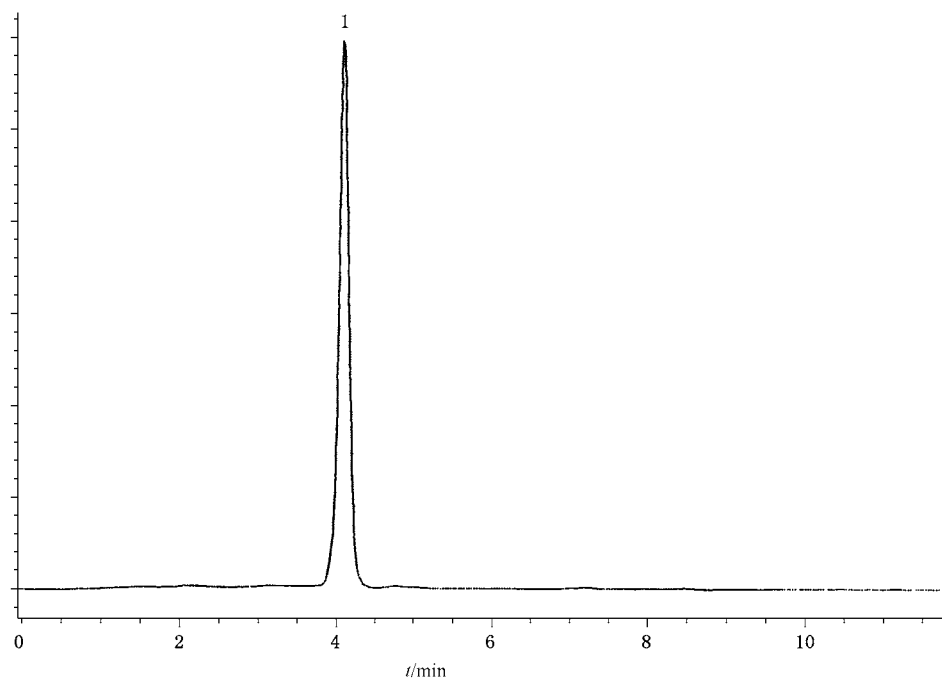
7.2 测定低限

本方法对甘草酸二钾的测定低限为 0.002%。

8 方法的精密度

- 甘草酸二钾含量在 0.50%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 2.37%;
- 甘草酸二钾含量在 1.00%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 0.46%;
- 甘草酸二钾含量在 1.50%,测定结果($n=6$)间的相对标准偏差为 1.93%。

附录 A
(资料性附录)
标准物液相色谱图



1——甘草酸二钾(4.068 min)。

图 A. 1 标准物液相色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
化妆品中甘草酸二钾的检测方法
液相色谱法

SN/T 1500—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.bzchs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

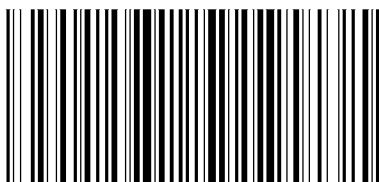
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

*

书号: 155066·2-16098 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



SN/T 1500-2004