附件9

化妆品中氯苯甘醚的检测方法

**1 适用范围**

本方法规定了测定化妆品中氯苯甘醚的高效液相色谱法。

本方法适用于膏霜、乳、液、粉类化妆品中氯苯甘醚的含量测定。

**2 方法提要**

氯苯甘醚在280nm处有特征吸收，以甲醇＋水＝55＋45提取化妆品中的氯苯甘醚，用高效液相色谱分离，并根据保留时间和紫外光谱图定性，峰面积定量。本方法中氯苯甘醚的检出限为3ng、定量下限为10ng；取0.5g样品时的检出浓度为6μg/g，最低定量浓度为20μg/g。

**3 试剂和材料**

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为一级实验用水。

3.1 甲醇，色谱纯。

3.2 氯苯甘醚，对照品，纯度99.5%。

3.3 标准储备溶液1（*ρ*＝1000mg/L）：称取氯苯甘醚约0.05g（精确到0.0001g）于小烧杯中，加入甲醇，超声溶解后转移至50mL容量瓶中，甲醇定容至刻度，摇匀，配成浓度约为1000mg/L的标准溶液。

3.4 标准储备溶液2（*ρ*＝50mg/L）：移取标准储备溶液1（3.3）5.00mL至100mL容量瓶中，甲醇定容至刻度，摇匀，配成浓度约为50mg/L的标准溶液。

3.5 系列浓度标准工作溶液：分别移取标准储备溶液2（3.4）0.20mL、1.00mL、2.00mL、10.0mL和标准储备溶液1（3.3）1.00mL 、2.50mL、5.00mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。此时溶液中组分的浓度分别为 1 mg/L、5 mg/L、10mg/L、50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L和500 mg/L。

**4 仪器和设备**

4.1 高效液相色谱仪，具有二极管阵列检测器，配色谱工作站。

4.2 超声波清洗器。

4.3 离心机。

4.4 天平，感量0.0001g。

**5 测定步骤**

5.1 样品预处理

称取样品约0.5g（精确至0.0001g）于10mL具塞比色管中，加入少量流动相，涡旋振摇1min，补流动相至刻度，超声提取30min，浑浊样品可取适量5000rpm离心5min。经0.45μm滤膜过滤，滤液作为待测样液备用。

5.2 测定

5.2.1 色谱参考条件

 色谱柱： C18 柱，250mm×4.6mm，5μm；

 流动相：甲醇+水=55+45；

 流速：1.0mL/min；

检测器：二极管阵列检测器，检测波长为280nm；

柱温：25℃。

5.2.2 校准曲线的制备

在设定色谱条件下，分别取系列浓度标准工作溶液（3.5）10μL进行高效液相色谱分析。根据标准工作溶液的质量浓度和峰面积，绘制校准曲线。

5.2.3 样品测定

在设定色谱条件下，进10μL待测样液进行高效液相色谱分析。色谱图检出的物质，经与该物质对照品的保留时间和紫外光谱图比较确证后，根据峰面积，从校准曲线上获取相应组分的质量浓度。若待测样液中氯苯甘醚的质量浓度超过了校准曲线线性范围的上限，需对待测样液进行适当稀释。

5.2.4 平行实验

 按以上步骤，做两份样品的平行测定。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两次测定值的算术平均值的10%。

**6 计算**

 D *×* *ρ × V*

*w*（氯苯甘醚）= —————— ×10-4

 *m*

式中：*w*（氯苯甘醚）——化妆品中氯苯甘醚的质量分数，%；

*ρ* —— 从校准曲线上查得的待测样液中氯苯甘醚的质量浓度，mg/L；

*V* —— 样品定容体积，mL；

*m* —— 样品取样量，g；

*D* —— 稀释倍数（不稀释则取1）。

**7 回收率和精密度**

经多家实验室验证，氯苯甘醚的方法加标回收率在85%～105%之间，相对标准偏差在0.2%～2.2%之间。

**8 色谱图**



图1 氯苯甘醚标准溶液色谱图(7.116min)