

化妆品中 α -萘酚, β -萘酚的测定

1、适用范围

适用于化妆品中 α -萘酚, β -萘酚的测定。(本实验采用发蜡为基质)

参考标准:《SN/T 4034-2014 进出口化妆品中萘酚的测定 液相色谱-质谱/质谱法》本方法为液相色谱法

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液:准确称取 α -萘酚, β -萘酚标准品 10mg, 用甲醇溶解并定容至 10mL, 浓度为 1mg/mL。
- 2) 标准工作液: 分别准确移取 1mL 标准贮备液, 用甲醇定容到 10mL, 浓度为 100 μ g/mL。
- 3) 50%甲醇水溶液: 量取 500mL 甲醇, 与 500mL 水, 混匀。

3、提取步骤

称取 0.5g 样品于 15mL 离心管中, 加入 10mL 50%甲醇水溶液, 涡旋, 超声 10min, 离心 10min (6000r/min), 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom[®] BRP 规格: 150mg/6mL。

活化: 依次用 5mL 甲醇, 5mL 水, 弃去

上样: 准确移取 5mL 待净化液, 弃去

淋洗: 依次用 5mL 水, 5mL 50%甲醇水, 抽干小柱

洗脱: 5mL 甲醇, 收集于 15mL 离心管中并抽干

洗脱液在 40 $^{\circ}$ C 以下氮吹至近干, 用 50%甲醇水溶液定容到 1mL, 过 0.22 μ m 有机滤头, 上 HPLC

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

检测。

5、注意事项

加标水平：0.5g 样中加入 0.02mL 100 μ g/mL 混标，最终定容到 1mL，因此加标水平为 4mg/kg，最终机读数为 1 μ g/mL。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®] XB-C18, 4.6 \times 250mm,5 μ m

流动相：A 水：B 甲醇 梯度见表 1

流速：1.0mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：280nm

表 1.流动相梯度表

时间 min	A (%)	B (%)
0	45	55
20	45	55
20	5	95
25	5	95
25.1	45	55
35	45	55

7、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

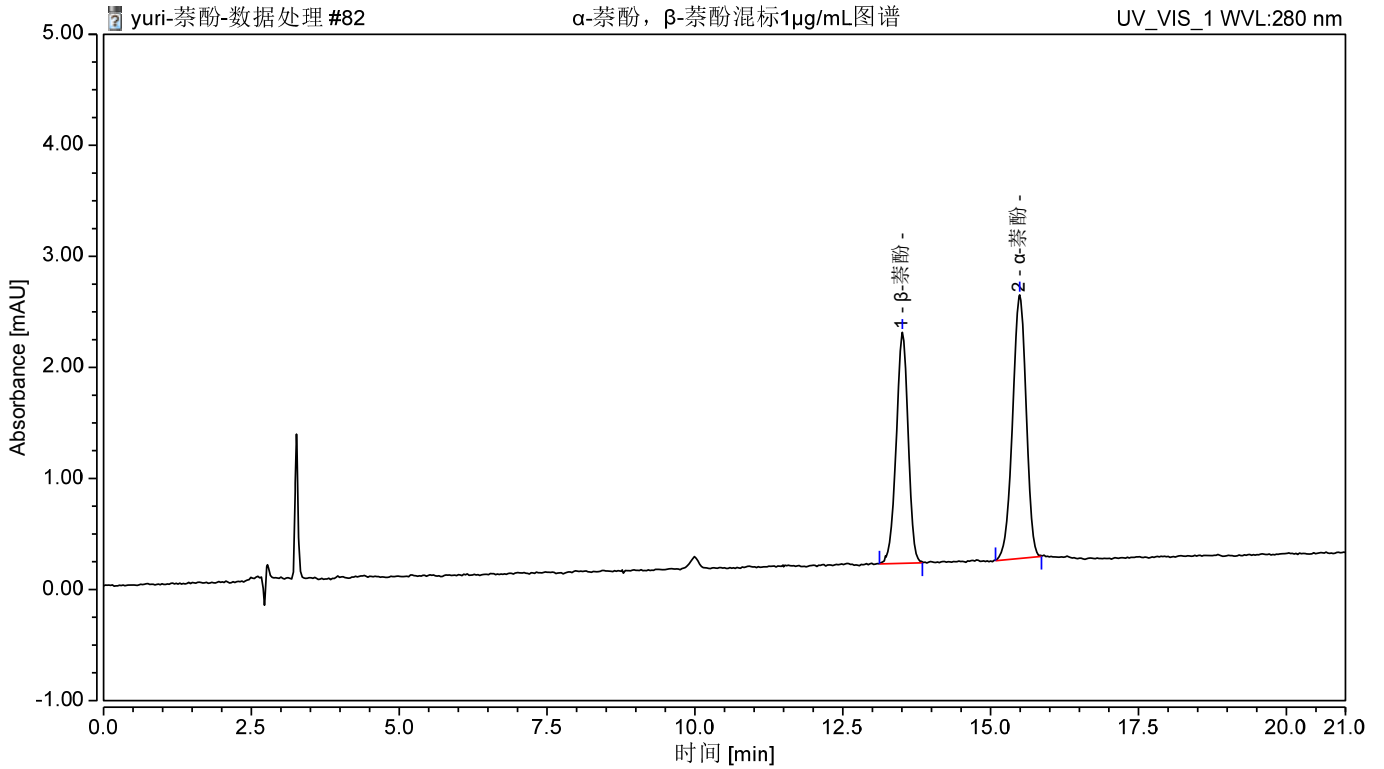


图 1. β -萘酚, α -萘酚混标 $1\mu\text{g/mL}$ 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	理论塔板数高度 (USP)
1	β -萘酚	13.507	0.488	2.080	43.53	0.94	5.06	21605
2	α -萘酚	15.492	0.632	2.373	56.47	0.91	n.a.	21836

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

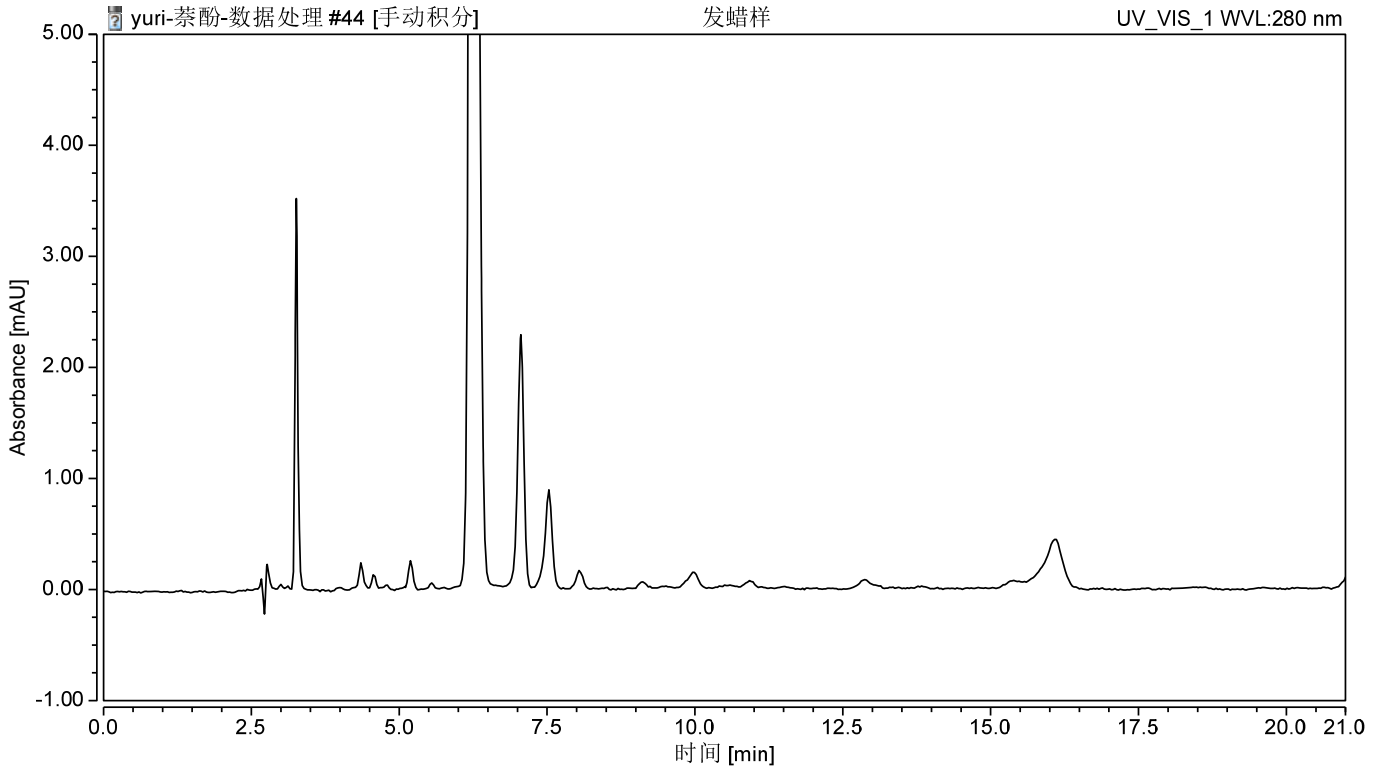


图 2 发蜡样品图谱

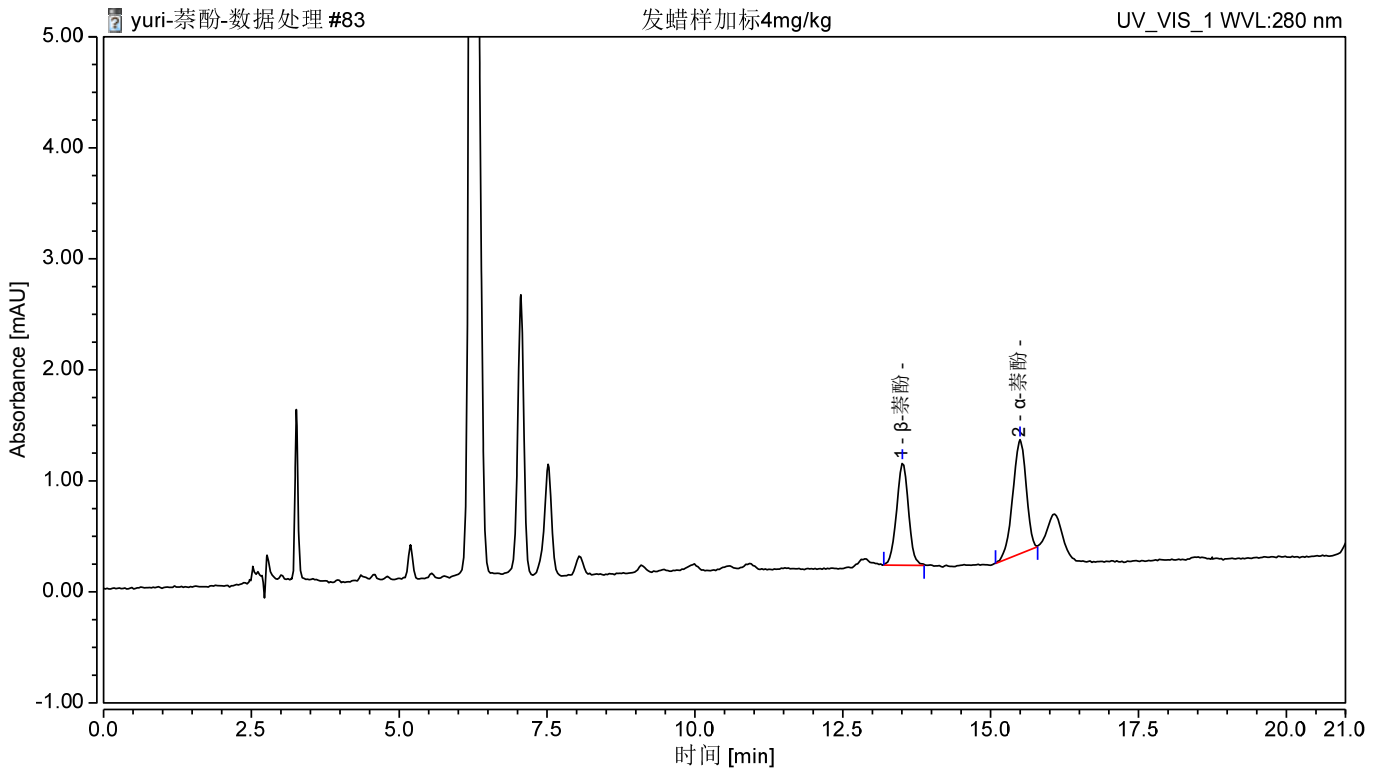


图 3 发蜡样加标 4mg/kg 过柱图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

表 2 回收率表

名称	加标水平	平均回收率	RSD%(n=2)
β-萘酚	4mg/kg	93%	3.59%
α-萘酚		88%	4.99%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20043	SPE 小柱	Welchrom® BRP, 150mg/6ml, 30pk
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB- C18 , 4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	β-萘酚	CAS 号: 135-19-3
	α-萘酚	CAS 号: 90-15-3

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000 E-mail: Lingyuyu@welchmat.com