

月旭科技出口化妆品中双酚 A 的测定

1、适用范围

适用于化妆品中双酚 A 的检测。(基质为化妆水)

参考标准：《SN/T 3822-2014 出口化妆品中双酚 A 的测定 液相色谱荧光检测法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：准确称取 10mg 双酚 A 标准物质，用乙腈溶解至 10mL，配成 1000 μ g/mL 的标准贮备液。
- 2) 标准工作液：准确吸取 1mL 标准贮备液，用乙腈稀释至 100mL，该浓度为 10 μ g/mL。(测定时根据需要用乙腈逐级稀释，配成适当溶度的标准工作液)
- 3) 乙酸溶液 (0.1%)：向 999mL 水中加入 1mL 乙酸，混匀。
- 4) 洗脱液：量取 80mL 二氯甲烷，和 20mL 的甲醇，混合均匀。
- 5) pH=3 水：用盐酸调节 pH=3.0。

3、提取步骤

- 1) 称取 1g 样品于 50mL 离心管中，加入 5mL 氯化钠溶液，振荡摇匀，再加入 10mL 乙腈，10mL 正己烷，振荡提取 10min，离心 3min (8000r/min)，除去正己烷层后，移取乙腈层到装有 3g 无水硫酸钠的离心管中，离心该离心管 1min (8000r/min)，移取乙腈到鸡心瓶中；
- 2) 往残渣中再加入 10mL 乙腈，振荡提取 10min，离心 3min (8000r/min)，移取乙腈层到装有 3g 无水硫酸钠的离心管中，离心该离心管 1min (8000r/min)，移取乙腈到鸡心瓶中；
- 3) 重复操作二，再提取一次。
- 4) 将提取三次后的上清液旋干，加入 10mL 10%乙腈水复溶，待净化。

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

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 WeLchrom® C18E 规格：500 mg/3mL。

活化：10 mL 甲醇、10 mL pH=3 水，弃去；

上样：待净化液 5mL 上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：用 6mL20%甲醇水淋洗，弃去。

洗脱：10mL 洗脱液洗脱，收集于 15mL 离心管中。

复溶：将洗脱液氮吹仪吹干后，用流动相定容至 1mL，过有机膜 0.22 μ m，上机。

5、注意事项

1)加标水平：1g 样中，分别加入 0.01mL 和 0.05mL10 μ g/mL 混标，最终定容到 1mL，因此加标水平分别为 0.1mg/kg, 0.5mg/kg。最终机读数为 0.05 μ g/mL, 0.25 μ g/mL。

2)多次提取能够提取完全。

6、色谱条件

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

流动相：乙腈：0.1%乙酸水溶液（65：35）

流速：1.0mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：激发波长：230nm，发射波长 313nm。

7、色谱图或者加标回收率结果

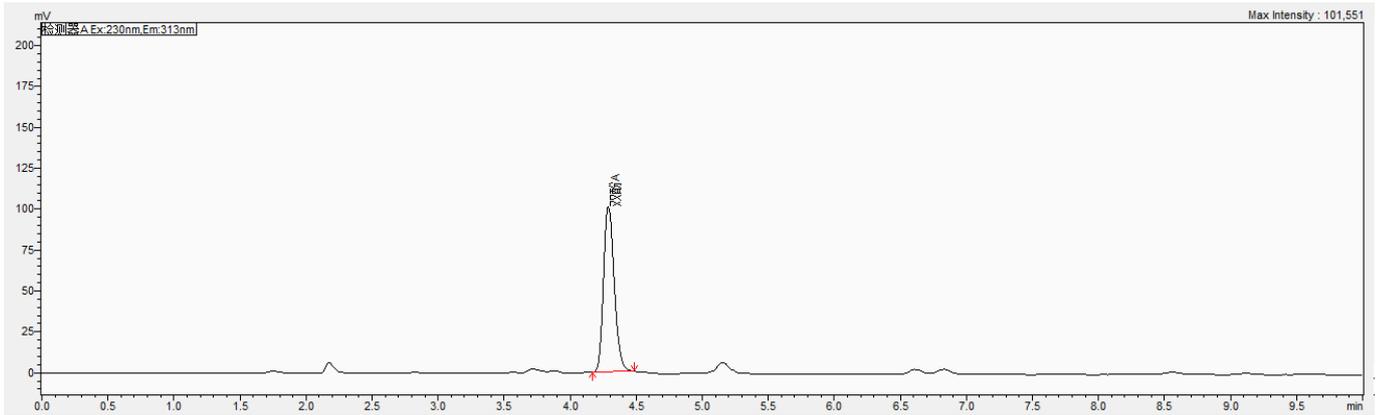


图 1. 双酚 A 标准品 0.05 µg/mL 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
1	双酚 A	4.289	558568	100962	100	1.240	--	--	11724

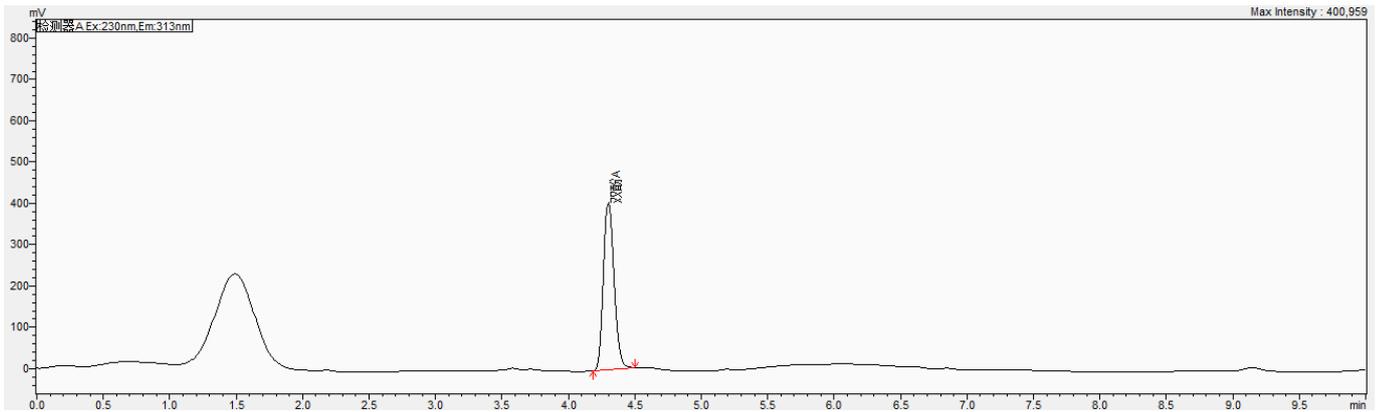
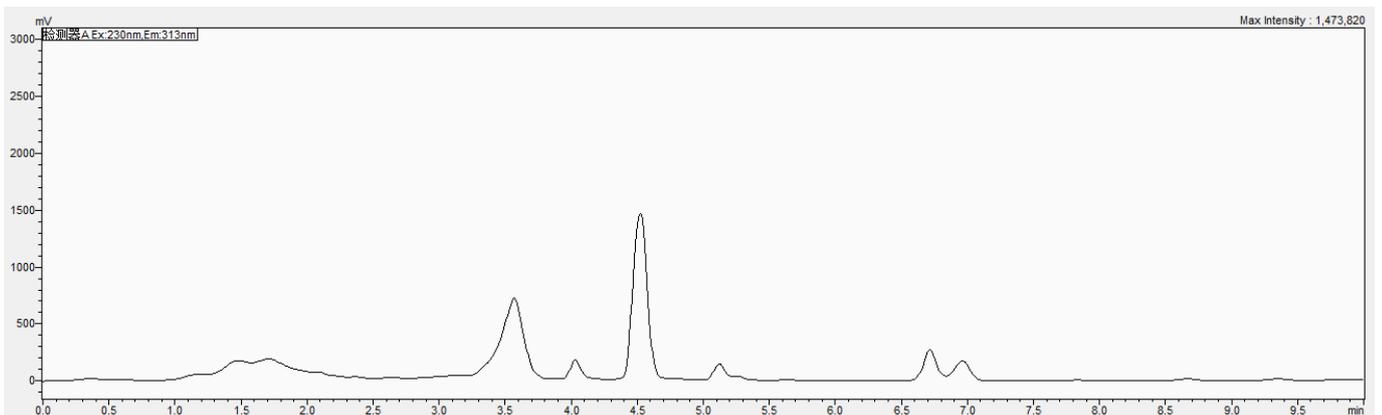


图 2. 双酚 A 标准品 0.25 µg/mL 图谱



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:321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

图 3 化妆水 样过柱图谱

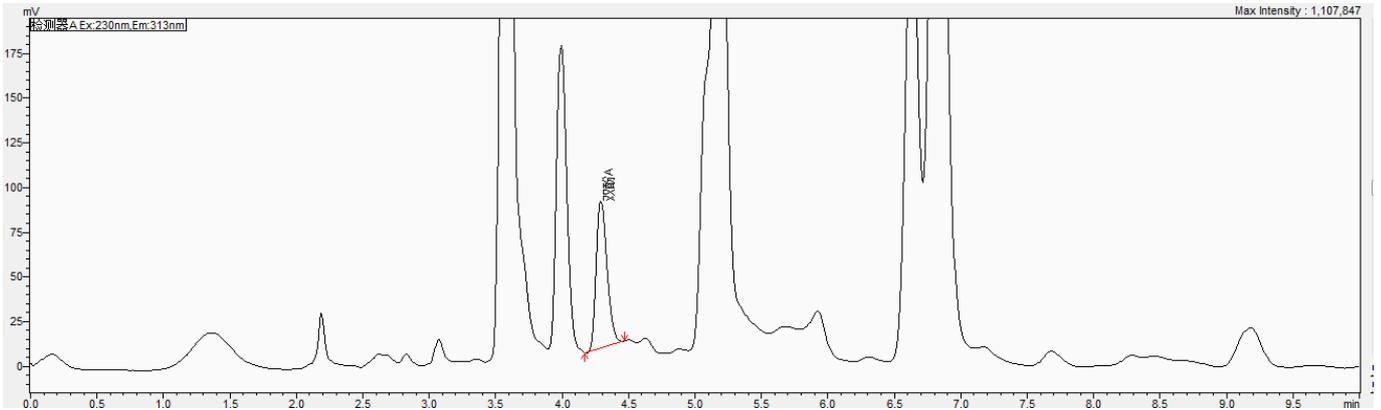


图 4 化妆水样加标 0.1mg/kg 图谱

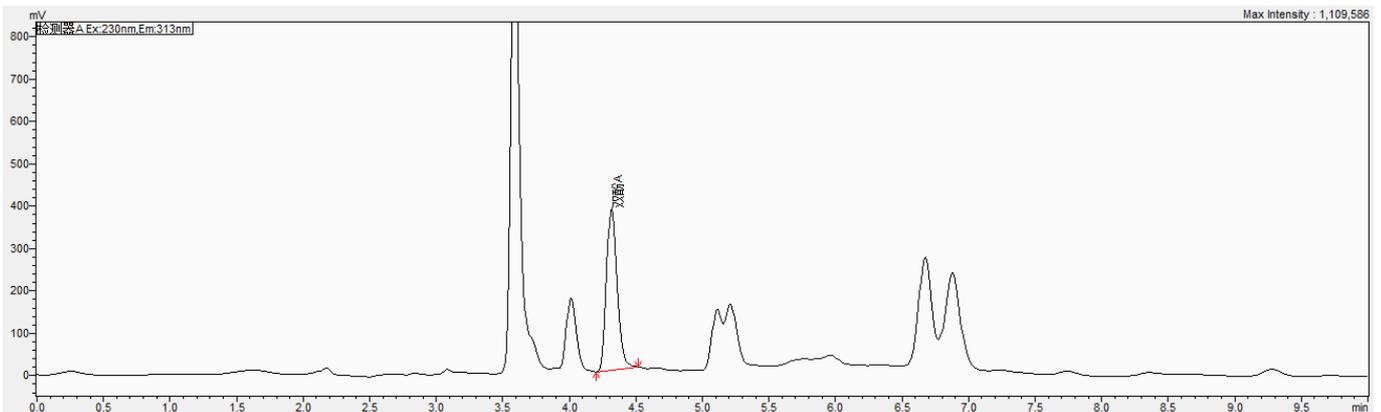


图 5 化妆水样加标 0.5mg/kg 图谱

表 2.加标回收表

加标水平 mg/kg	回收率%		平均回收率%	RSD% (n=2)
0.1	76%	70%	73%	5.57%
0.5	80%	80%	80%	0.21%

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

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11005	SPE 小柱	WeLchrom®C18E , 500mg/3mL,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	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
00826-B029P100	双酚 A	CAS No.:80-05-7,250mg

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