

# 高效液相色谱法测定化妆品中 4 种萘二酚的含量

LC-337

**摘要：**本文参考《GB/T 35829-2018 化妆品中 4 种萘二酚的测定 高效液相色谱法》，使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了化妆品中 4 种萘二酚含量的检测方法。4 种萘二酚在 0.75-20  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内，校准曲线相关系数在 0.999 以上；标准溶液连续 6 次进样，保留时间 RSD% 在 0.03~0.06% 间，峰面积的 RSD% 在 0.45~0.74% 间。仪器重复性良好。采用低、中、高三水平浓度加标，其回收率在 83.9%-105.8% 之间。

**关键词：**液相色谱法 化妆品 萘二酚

萘二酚类物质有多种异构体，是合成媒染偶氮染料的中间体，亦可用于制备偶氮染料等，涉及的下游产品众多，是一类常用的中间原料。该类物质具有刺激性，能引起过敏反应。

在我国《化妆品安全技术规范（2022 年版）》征求意见稿中 1,7 萘二酚 2,3 萘二酚属于禁用物质，而 1,5 萘二酚和 2,7 萘二酚属于准用物质。鉴于萘二

酚类物质潜在的危害，为保护消费者的健康，为化妆品质量监控提供技术支持，建立化妆品中萘二酚类物质的检测方法是十分必要的。

本文参考《GB/T 35829-2018 化妆品中 4 种萘二酚的测定 高效液相色谱法》，采用岛津液相色谱仪 EssentiaLC-16，建立了化妆品中 4 种萘二酚的检测方法，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本文使用岛津 Essentia LC-16 液相色谱仪，配置信息如下

系统控制器：CBM-20Alite

脱气机：DGU-20A5R

输液泵：LC-16 $\times$ 2

自动进样器：SIL-16

柱温箱：CTO-16L

检测器：SPD-16

色谱工作站：LabSolutions Essentia V.5.98

### 1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST (250 mm $\times$ 4.6 mm I.D., 5  $\mu\text{m}$ , P/N: 227-30017-08, 岛津(上海)实验器材有限公司)

流动相：A-0.1% 乙酸水；B- 甲醇

流速：1.0 mL/min

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

进样体积：20  $\mu\text{L}$

波长：230 nm

洗脱方式：梯度洗脱，B 相浓度 25%

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
35	Pumps	Pump B Conc	55
40	Pumps	Pump B Conc	55
40.1	Pumps	Pump B Conc	25
52	Controller	Stop	

## ■ 样品前处理

称取化妆品 0.5 g，置具塞锥形瓶中，精密加入 95% 乙醇 4 mL，振荡混匀，超声提取 15 min，冷却至室温，用 95% 乙醇定容至 5 mL，取 2 mL 溶液于离心管中离心，经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后上机。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

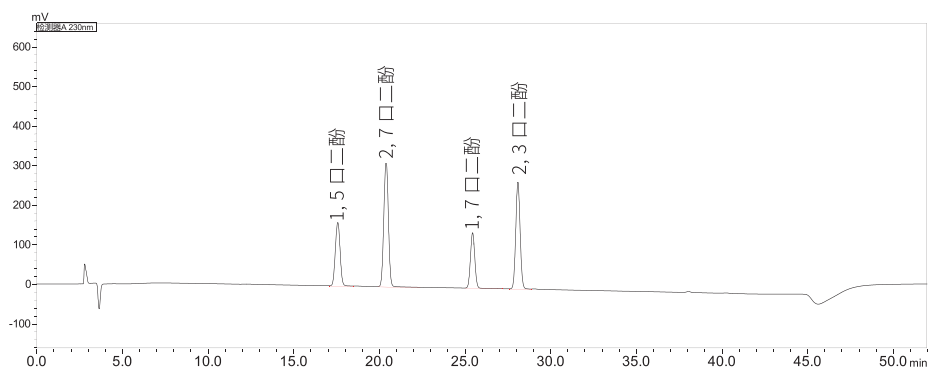


图 1 实 4 种萘二酚标准溶液色谱图 (浓度 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

表 2 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	1, 5 萘二酚	1, 5-Naphthalenediol	83-56-7	17.584
2	2, 7 萘二酚	2, 7-Naphthalenediol	582-17-2	20.399
3	1, 7 萘二酚	1, 7-Naphthalenediol	575-38-2	25.439
4	2, 3 萘二酚	2, 3-Naphthalenediol	92-44-4	28.085

### 3.2 校准曲线

取萘二酚标准储备液 (1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，用甲醇配制系列浓度为 0.75、2.5、5、10、20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准曲线溶液。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做校准曲线。以 0.75  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液的色谱峰信噪比计算出检出限 ( $S/N=3$ ) 和定量限 ( $S/N=10$ )，标准曲线信息及检出限、定量限结果见图 2 及表 3。

结果显示，4 种萘二酚在 0.75-20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，线性相关系数  $r$  大于 0.999，线性良好。

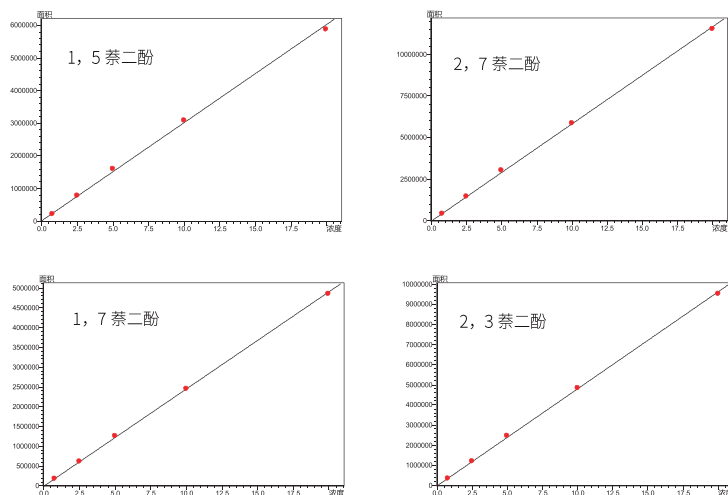


图 2 4 中萘二酚校准曲线

表3 4种萘二酚校准曲线信息及检出限、定量限

No.	化合物名称	线性方程	相关系数 R	准确度 (%)	检出限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)
1	1, 5 萘二酚	$y=300118x+15383.1$	0.9992	91.7-105.8	0.12	0.37
2	2, 7 萘二酚	$y=583721x-7920.66$	0.9998	95.9-103.4	0.07	0.20
3	1, 7 萘二酚	$y=245333x-5851.99$	0.9998	95.7-103.3	0.15	0.46
4	2, 3 萘二酚	$y=481432x-8127.11$	0.9998	95.9-103.4	0.08	0.24

### 3.3 重复性测试

取浓度为 2.5 µg/mL 标准溶液连续 6 次进样, 考察重复性, 保留时间 RSD% 在 0.03~0.06% 间, 峰面积的 RSD% 在 0.45~0.74% 间; 具体如下表:

表4 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	保留时间 RSD (%)	面积 RSD (%)
1	1, 5 萘二酚	0.06	0.45
2	2, 7 萘二酚	0.04	0.48
3	1, 7 萘二酚	0.04	0.74
4	2, 3 萘二酚	0.03	0.48

### 3.4 回收率测试

取化妆水空白样品进行加标实验, 加标浓度分别为 7.5、50、75 mg/kg, 重复 3 次, 经过前处理后进行上机分析。三次平行测定结果结果见表 5, 加标回收率在 83.9%-105.8% 之间。

表5 回收率结果 (n=3)

No.	样品浓度 (mg/kg)	加标浓度 (mg/kg)	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1, 5 萘二酚	N.D.	7.5	84.2	84.5	84.0	84.2	0.32
		50	87.5	87.5	87.6	87.5	0.06
		75	105.8	105.7	105.9	105.8	0.09
2, 7 萘二酚	N.D.	7.5	85.0	85.1	84.9	85	0.08
		50	87.3	87.3	87.3	87.3	0.02
		75	105.5	105.5	105.7	105.6	0.08
1, 7 萘二酚	N.D.	7.5	83.8	84.0	83.9	83.9	0.15
		50	87.5	87.0	86.9	87.1	0.39
		75	105.5	105.8	105.9	105.7	0.21
2, 3 萘二酚	N.D.	7.5	89.3	90.3	90.3	90.0	0.61
		50	88.4	88.3	88.4	88.3	0.03
		75	105.4	105.4	105.5	105.4	0.08

注: N.D. 表示未检出。

### 3.5 样品检测

对市售化妆品(化妆水)进行检测。样品经前处理后上机, 测定样品中四种萘二酚含量。样品色谱图见图 3, 其中四种萘二酚未检出。

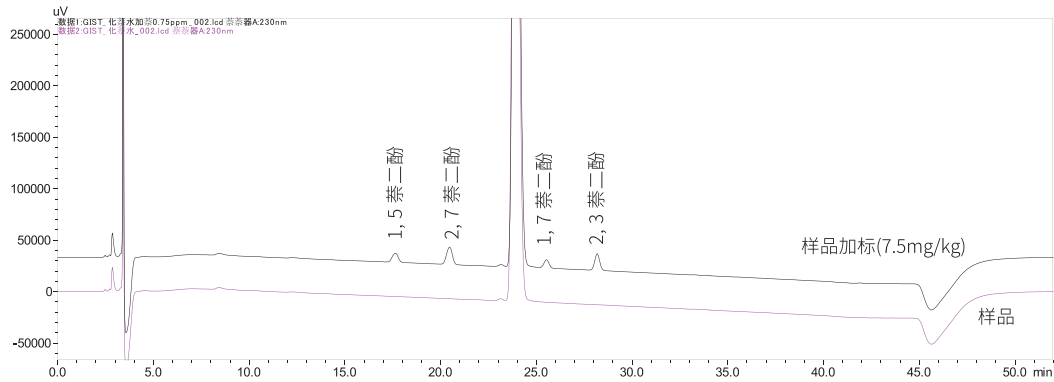


图3 化妆品样品与定量限加标色谱图

## ■ 结论

本文参考《GB/T 35829-2018 化妆品中4种萘二酚的测定 高效液相色谱法》，使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了化妆品中4种萘二酚含量的检测方法。实验结果表明：线性、精密度、回收率均满足测定要求，该方法可为化妆品中4种萘二酚含量的测定提供参考。

岛津应用云

