

## 染发剂中对苯二胺的测定 气相色谱法

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了染发剂中对苯二胺的测定方法，本方法最低检测浓度为0.03mg/ml。  
本标准适用于含对苯二胺为主的染发剂的测定。

### 2 方法提要

试样经溶剂直接溶解，分离萃取后用气相色谱进行测定与标准系列比较定量。

### 3 试剂与材料

3.1 乙酸乙酯 (HG3—1226) 分析纯

3.2 对苯二胺 化学纯 99.0%

3.3 氯化钠 (GB 1253) 化学纯

3.4 离心机 1台

3.5 刻度离心管 10ml

3.6 容量瓶 (棕色) 10ml; 50ml

3.7 载气 氮气 纯度大于 99.9%

3.8 燃气 氢气 纯度大于 99.9%

3.9 助燃气二次净化空气

3.10 Chromosorb WAW (60~80目) 经氢氧化钾——甲醇处理过担体。

称取0.20g氢氧化钾溶解于20ml甲醇试剂中，倒入已称量(10.0g)的Chromosorb WAW担体中浸过，风干，置于100℃烘箱中烘干。

### 4 仪器

4.1 色谱仪具有如下部分：

a. 检测器 氢火焰离子化检测器 (FID)；

b. 色谱柱 不锈钢或玻璃柱管，规格约2m × Ø3mm，内充填10%Carobowax 20M + Chromsorb WAW 60~80目碱醇处理；

c. 微量注射器 10μl。

4.2 色谱分析条件

根据选用的色谱柱设定色谱条件，参考条件如下：

a. 汽化室温度 250℃；

- b. 检测器温度 230℃;  
 c. 柱温 210℃;  
 d. 氮气流量 30ml/min;  
 e. 氢气流量 30ml/min;  
 f. 空气流量 250ml/min;  
 g. 进样量 1 $\mu$ l。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样的制备

#### 5.1.1 粉剂试样

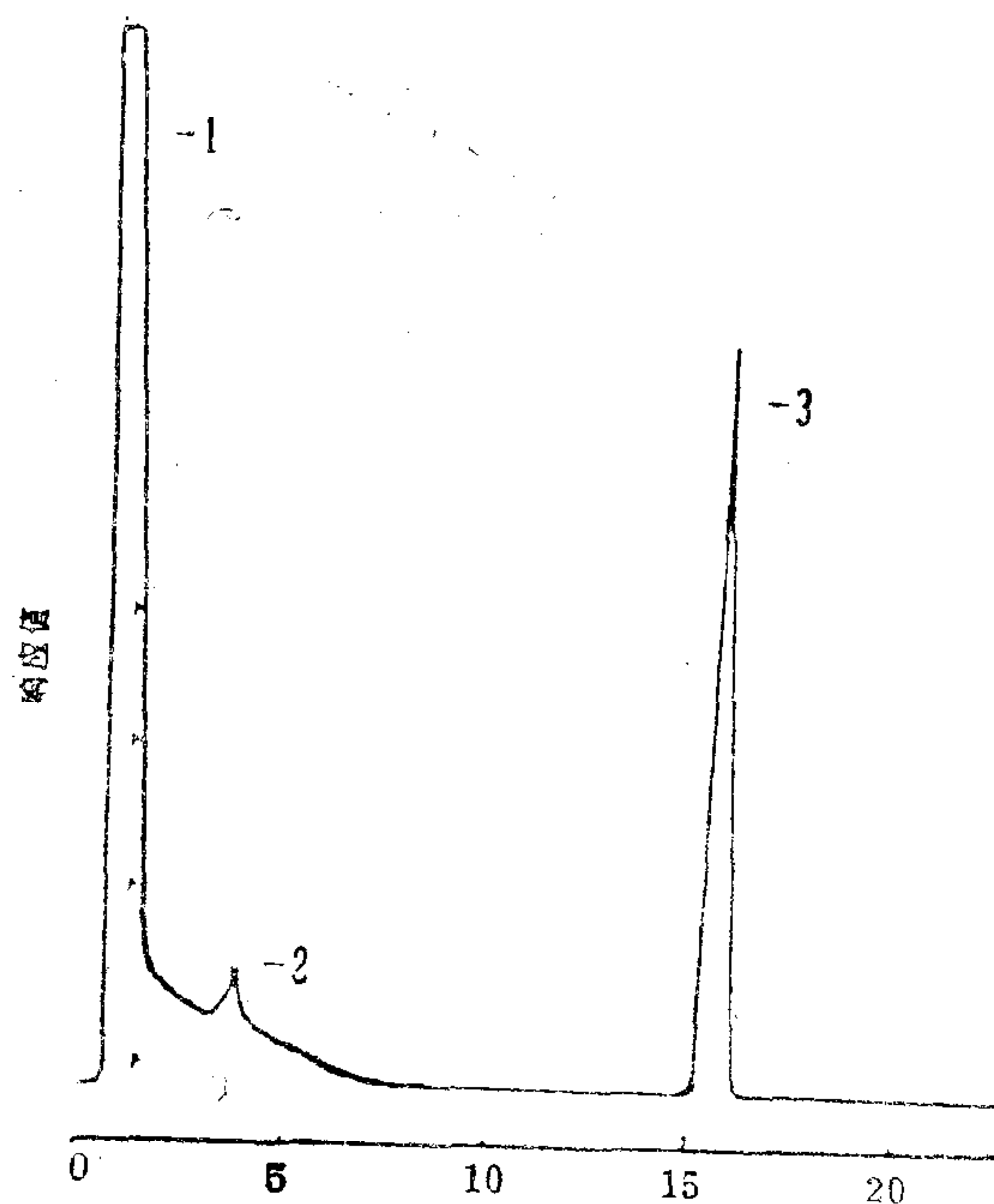
称取0.050g(精确至0.001g)试样(仅指含对苯二胺)于10ml容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,避光静止约4h,取出过滤待用。

#### 5.1.2 水剂试样

称取0.50g(精确至0.01g)试样(仅指含对苯二胺)于10ml离心管中,加5ml乙酸乙酯,盖紧塞子,振荡30s后,加0.1g氯化钠,再振荡30s,放置离心机(2000r/min)中分离,10min静止片刻,分出上层溶液,下层水相溶液用2.5ml乙酸乙酯萃取2次,分出上层溶液,合并萃取液,并用乙酸乙酯稀释定容至10ml容量瓶中,待用。

### 5.2 对苯二胺标准溶液

5.2.1 称取0.5000g(精确至0.0001g)对苯二胺于50ml棕色容量瓶中,用乙酸乙酯定容至



1—乙酸乙酯 2—十二烷基硫酸钠 3—对苯二胺  
 染发剂中对苯二胺色谱图示

刻度。避光，冰箱保存待用，此溶液每毫升含对苯二胺10mg。

5.2.2 分别移取0.5, 1.0, 1.5, 2.0ml对苯二胺标准溶液(5.2.1)置于10ml容量瓶中，用乙酸乙酯定容至刻度，此标准序列，每毫升含对苯二胺为0.5, 1.0, 1.5, 2.0mg。

### 5.3 测定

5.3.1 依次从各容量瓶中(5.2.2)移取1 $\mu$ l标准溶液直接注入气相色谱仪中，记下各次峰面积(或峰高)，并绘制峰面积(或峰高)——对苯二胺浓度标准工作曲线。

5.3.2 移取(5.1)试样溶液1 $\mu$ l，注入气相色谱仪中，记录色谱峰面积(或峰高)，根据标准工作曲线查出相应的对苯二胺浓度。

## 6 分析结果的计算

按下式计算试样中对苯二胺的百分含量：

$$\text{对苯二胺(\%)} = \frac{P}{W} \times 100$$

式中：P——从标准工作曲线上查得样液中对苯二胺浓度，mg/ml；

W——试样的质量，g。

以平行测定两个结果的算术平均值作为对苯二胺的含量。

## 7 精密度

平行测定两个结果的差应不超过0.5%。

### 附加说明：

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由上海市日用化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人：黄捷、姜慧敏、林燕。

## QB/T 1863—93 《染发剂中对苯二胺的测定 气相色谱法》

### 第1号修改单

本修改单经中国轻工总会办公厅于1996年1月29日以轻总办质[1996]23号文批准，自1996年4月1日起实施。

#### (1) 第6章分析结果的计算：

按下式计算试样中对苯二胺的百分含量，计算公式更改为：对苯二胺(%)=P/W。

#### (2) 在第6章最后补充新条文：

判断染发剂中对苯二胺是否符合GB 7916最大允许浓度时，应按上述分析结果换算为实际使用浓度时的对苯二胺含量为准。