

### 化妆品中维生素 K1 含量的测定 高效液相色谱法

2013 - 12 - 02 发布

2014 - 01 - 01 实施



## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂和材料 .....	1
5 仪器和设备 .....	1
6 实验步骤 .....	1
7 结果与计算 .....	2
8 回收率 .....	2
9 检出限 .....	3
10 精密度 .....	3
附录 A (资料性附录) .....	4

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由四川省产品质量监督检验检疫院归口。

本标准起草单位：四川省产品质量监督检验检疫院。

本标准起草人：郭桦、郑晓军、吴艾林、李铭、刘高、凌小芳、王晶、冷波。

本标准由四川省质量技术监督局批准发布。

# 化妆品中维生素 K<sub>1</sub> 含量的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本标准规定了化妆品中维生素 K<sub>1</sub> 的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于化妆水、膏霜、乳液、洗发液、沐浴剂、沐浴盐等化妆品中维生素 K<sub>1</sub> 的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 原理

试样中的维生素 K<sub>1</sub> 经异丙醇提取，通过液相色谱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

## 4 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，实验用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 异丙醇：色谱纯；

4.2 甲醇：色谱纯；

4.3 维生素 K<sub>1</sub> 标准品：纯度大于 99.9 %；

4.4 维生素 K<sub>1</sub> 标准储备液：精确称取维生素 K<sub>1</sub> (4.3) 1.0490 g，以甲醇 (4.2) 溶解，定容至 100 mL 棕色瓶中，于 4 °C 避光可保存三个月。（浓度：10.49 mg/mL）；

4.5 维生素 K<sub>1</sub> 标准使用液：吸取适量标准储备液 (4.4)，以甲醇定容于容量瓶中，现配现用；

4.6 微孔滤膜：0.45 μm，有机相。

## 5 仪器和设备

5.1 天平，称量精度为 0.0001 g；

5.2 漩涡离心机；

5.3 高效液相色谱仪，配有紫外检测器 (UVD)；

5.4 超声波清洗仪或带有超声波装置仪器。

## 6 实验步骤

### 6.1 提取

#### 6.1.1 水溶性试样的制备

称取样品 0.5 g (精确至 0.001 g), 置于 10 mL 容量瓶或离心管中, 加入异丙醇 (4.1) 定容至刻度 (必要时离心)。试样溶液过 0.45 μm 有机相滤膜后直接进样。

### 6.1.2 脂溶性试样的制备

称取样品 0.1 g (精确至 0.001 g), 置于 10 mL 容量瓶或离心管中, 加入 5 mL 异丙醇 (4.1), 超声使样品完全分散, 再以异丙醇定容至刻度 (若样品定容后有乳光, 可减少称样量为 0.05 g, 必要时离心)。试样溶液过 0.45 μm 有机相滤膜后直接进样。

### 6.1.3 空白试样

除不加试样外, 其他处理步骤按照 6.1.1 和 6.1.2 步骤操作。

## 6.2 测定及分析

### 6.2.1 色谱条件

- 1) 色谱柱: C<sub>18</sub>柱, 250 mm×4.6 mm (内径), 5 μm, 或者相当;
- 2) 流动相: 甲醇 (4.2);
- 3) 流速: 1.0 mL/min;
- 4) 柱温: 35 °C;
- 5) 检测波长: 245 nm;
- 6) 进样量: 10 μL

### 6.2.2 标准工作曲线

根据试样中维生素 K<sub>1</sub> 含量情况配制 6 个 (含零点) 适当浓度 (范围 0.1 μg/mL~150.0 μg/mL) 的维生素 K<sub>1</sub> 标准工作溶液 (4.5), 按 6.2.1 上液相色谱测定。以峰面积或峰高对浓度 (μg/mL) 作标准曲线, 标准使用液及样液中维生素 K<sub>1</sub> 的响应值均应在仪器线性范围内。在上述色谱条件下, 维生素 K<sub>1</sub> 标准品的液相色谱图见附录 A。

标准工作溶液和样液等体积进样测定, 保留时间定性, 外标法定量。

## 7 结果与计算

样品中维生素 K<sub>1</sub> 含量按 (1) 式计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X—样品中维生素 K<sub>1</sub> 的含量, 毫克每千克;
- C—标准曲线上查得的样液维生素 K<sub>1</sub> 浓度, 微克每毫升;
- C<sub>0</sub>—标准曲线上查得的空白试验的维生素 K<sub>1</sub> 浓度, 微克每毫升;
- V—试样溶液定容体积, 毫升;
- m—试样的质量, 克;

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留到小数点后两位。

## 8 回收率

加标量在标准曲线范围内回收率为 90 %~110 %之间。

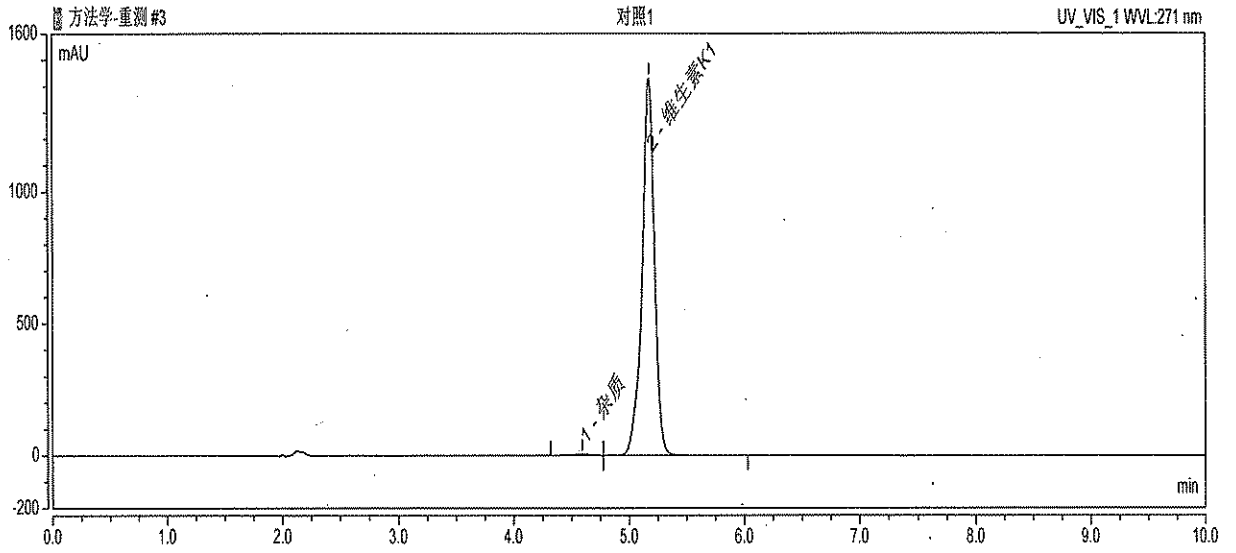
#### 9 检出限

该方法检出限为 0.2 ng。

#### 10 精密度

在重复性条件下，获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的3%。

附录 A  
(资料性附录)



表A.1 标准品色谱图







