



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102680592 A

(43) 申请公布日 2012. 09. 19

(21) 申请号 201210106235. X

(22) 申请日 2012. 06. 08

(71) 申请人 上海市计量测试技术研究院
地址 201203 上海市浦东新区张江张衡路
1500 号

(72) 发明人 田玉平 吴建军 李杰 王虎

(74) 专利代理机构 上海世贸专利代理有限责任
公司 31128

代理人 李浩东

(51) Int. Cl.

G01N 30/02 (2006. 01)

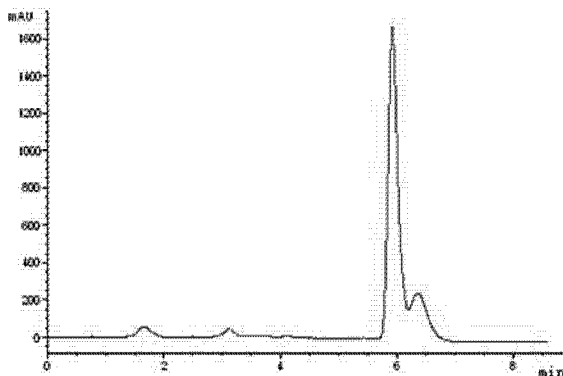
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液及其制备方法。一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液，它由色谱纯甲醇、浓度为 1 - 10 μ g/mL 的亚硫酸钠、浓度为 500-2000 μ g/mL 的对苯二胺标准物质组成。一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液制备方法，在 4-10 $^{\circ}$ C 的温度下，在色谱纯甲醇中依次添加亚硫酸钠和对苯二胺标准物质。本发明能够准确、稳定的测定对苯二胺标准物质的纯度，确保对苯二胺标准物质中的杂质均能被高效液相色谱仪检测，有效地保障了日化用品中的有毒有害化学品的检测工作的量值传递和安全卫生质量。



1. 一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液,其特征是:它由色谱纯甲醇、浓度为 1-10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的亚硫酸钠和浓度为 500-2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的对苯二胺标准物质组成。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液,其特征是:亚硫酸钠的浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 或 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3. 根据权利要求 1 所述的一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液,其特征是:对苯二胺标准物质的浓度为 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、800 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 或 2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4. 一种如权利要求 1 所述的高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液制备方法,其特征是:在 4-10 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下,在色谱纯甲醇中依次添加亚硫酸钠和对苯二胺标准物质。

5. 根据权利要求 4 所述的一种溶液制备方法,其特征是:温度为 4 $^{\circ}\text{C}$ 、6 $^{\circ}\text{C}$ 、8 $^{\circ}\text{C}$ 或 10 $^{\circ}\text{C}$ 。

一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及计量测试标准量值传递技术领域,尤其是涉及一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着人们生活水平的提高,化妆品成为人们日常生活必不可少的消费品。自1990年开始,中国的化妆品消费市场更是迈入了一个快速扩张的时期,据统计,近几年的化妆品消费平均年递增12.9%,琳琅满目的化妆品消费在人们日常生活种的开支份额居高不下,中国逐渐成为世界各大知名化妆品公司不可缺失的竞争市场。然而,人们在追求美的同时,也遇到了不少困扰。近年来化妆品中使用或超量使用的各类化学添加剂物质对人体健康造成多种急性或慢性危害的报道屡见不鲜,如使用一些重金属元素会致癌;使用某些激素可造成人体皮肤和肌体激素变化;部分抗菌素的使用会破坏皮肤表面的正常菌群;过量使用防腐剂、防晒剂会对人体产生适得其反的作用。

[0003] 为了保障人民的生活质量,世界各国的政府部门相继制定了越来越严格的指令来控制化妆品中各种能给人体健康带来危害的添加剂。有效的健康日化用品安全卫生质量的重要手段是监控相关有毒有害化学品的含量,当前普遍使用相关标准物质来进行量值传递的工作,以实现测量的准确性、一致性。

[0004] 对苯二胺(p-Phenylenediamine)为白色片状结晶,在空气中很快被氧化成紫红色或深褐色。该物质具有很强的致敏作用,可引起接触性皮炎、湿疹、支气管哮喘,且有致癌作用。对苯二胺是染发等日化用品中一种最常用的着色剂,由于其对人体的危害,近些年来被禁用或限用。作为日化产品卫生安全的瓶颈技术之一的标准物质纯度的测定,包括用高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度时,对苯二胺标准物质纯度的溶液及其制备方法是标准物质纯度测定结果准确的关键因素。

[0005] 现有技术采用高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度时,是直接在色谱纯甲醇中加入对苯二胺标准物质制备成溶液,进行高效液相色谱检测。由于对苯二胺很容易被空气中的氧气氧化,当未加入亚硫酸钠,且不控制温度时,高效液相色谱仪检测的色谱图很容易出现对苯二胺被氧化的峰,随着时间的推移,被氧化的峰越来越强,对苯二胺标准物质的峰越来越小。而且溶液在30min内会改变颜色,从而导致高效液相色谱测定对苯二胺标准物质纯度结果不准确。

[0006] 发明内容

本发明所要解决的技术问题是提供一种能更加稳定、真实、精确的高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液及其制备方法。本发明解决其技术问题采用的技术方案是:一种高效液相色谱仪测定对苯二胺标准物质纯度的溶液,它由色谱纯甲醇、浓度为1-10 μ g/mL的亚硫酸钠和浓度为500-2000 μ g/mL的对苯二胺标准物质组成。在4-10 $^{\circ}$ C的温度下,在色谱纯甲醇中依次添加亚硫酸钠和对苯二胺标准物质。本发明所要解决的技术

问题还可进一步通过如下技术方案加以解决：亚硫酸钠的浓度为 $1\mu\text{g/mL}$ 、 $3\mu\text{g/mL}$ 、 $5\mu\text{g/mL}$ 、 $8\mu\text{g/mL}$ 或 $10\mu\text{g/mL}$ ；对苯二胺标准物质的浓度为 $500\mu\text{g/mL}$ 、 $800\mu\text{g/mL}$ 、 $1000\mu\text{g/mL}$ 、 $1500\mu\text{g/mL}$ 或 $2000\mu\text{g/mL}$ ；温度为 4°C 、 6°C 、 8°C 或 10°C 。本发明中的色谱纯甲醇为稀释液，用于稀释亚硫酸钠和对苯二胺标准物质，亚硫酸钠可减缓对苯二胺标准物质在空气中被氧化，对苯二胺标准物质用于计量量值溯源传递。本发明的色谱纯甲醇、亚硫酸钠和对苯二胺标准物质均可在中国国内市场购得。本发明由于采用上述技术方案，减缓了对苯二胺被空气氧化的速度，且使对苯二胺标准物质的浓度为 $500\text{--}2000\mu\text{g/mL}$ ，使得高效液相色谱仪能够准确、稳定的测定对苯二胺标准物质的纯度，确保了对苯二胺标准物质中的杂质均能被高效液相色谱仪检测，且不超过高效液相色谱仪检测的量程范围，有效地保障了日化用品中的有毒有害化学品检测工作的量值传递和安全卫生质量，防止了因相关物质超标而引发的贸易纠纷，提升了我国标准物质研制及在日化用品贸易监控中的优势，维护了我国的经济利益。

附图说明

[0007] 下面结合附图和本发明的具体实施例对本发明作进一步详细描述：

图 1 是现有技术的色谱图。

[0008] 图 2、图 3、图 4 分别是本发明实施例 2、实施例 8、实施例 10 的色谱图。

[0009] 具体实施方式

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5
色谱纯甲醇	100mL	100mL	100mL	100mL	100mL
亚硫酸钠	100 μg	800 μg	500 μg	300 μg	1000 μg
对苯二胺标准物质	200000 μg	80000 μg	100000 μg	150000 μg	50000 μg
	实施例 6	实施例 7	实施例 8	实施例 9	实施例 10
色谱纯甲醇	100mL	100mL	100mL	100mL	100mL
亚硫酸钠	100 μg	800 μg	500 μg	300 μg	1000 μg
对苯二胺标准物质	50000 μg	150000 μg	80000 μg	100000 μg	200000 μg

实施例 11：在 4°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 100 μg 的亚硫酸钠和 200000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0010] 实施例 12：在 6°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 800 μg 的亚硫酸钠和 80000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0011] 实施例 13：在 8°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 500 μg 的亚硫酸钠和 100000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0012] 实施例 14：在 10°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 300 μg 的亚硫酸钠和 150000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0013] 实施例 15：在 10°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 1000 μg 的亚硫酸钠和 50000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0014] 实施例 16：在 4°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 100 μg 的亚硫酸钠和 50000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0015] 实施例 17：在 6°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 800 μg 的亚硫酸钠和 150000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0016] 实施例 18：在 8°C 的温度下，在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 500 μg 的亚硫酸钠和 80000 μg 的对苯二胺标准物质。

[0017] 实施例 19 :在 10℃ 的温度下,在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 300 μ g 的亚硫酸钠和 100000 μ g 的对苯二胺标准物质。

[0018] 实施例 20 :在 10℃ 的温度下,在 100 mL 的色谱纯甲醇中依次添加 1000 μ g 的亚硫酸钠和 200000 μ g 的对苯二胺标准物质。

[0019] 上述产品实施例 1 — 10 分别对应于方法实施例 11 — 20。

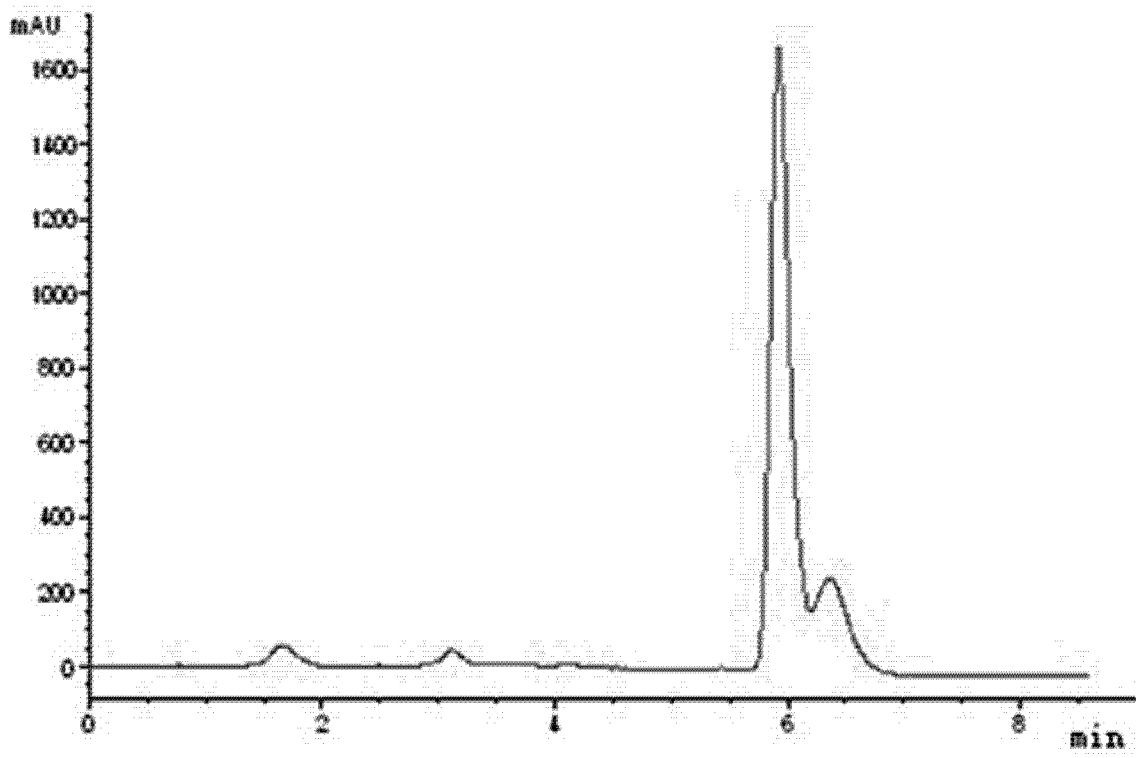


图 1

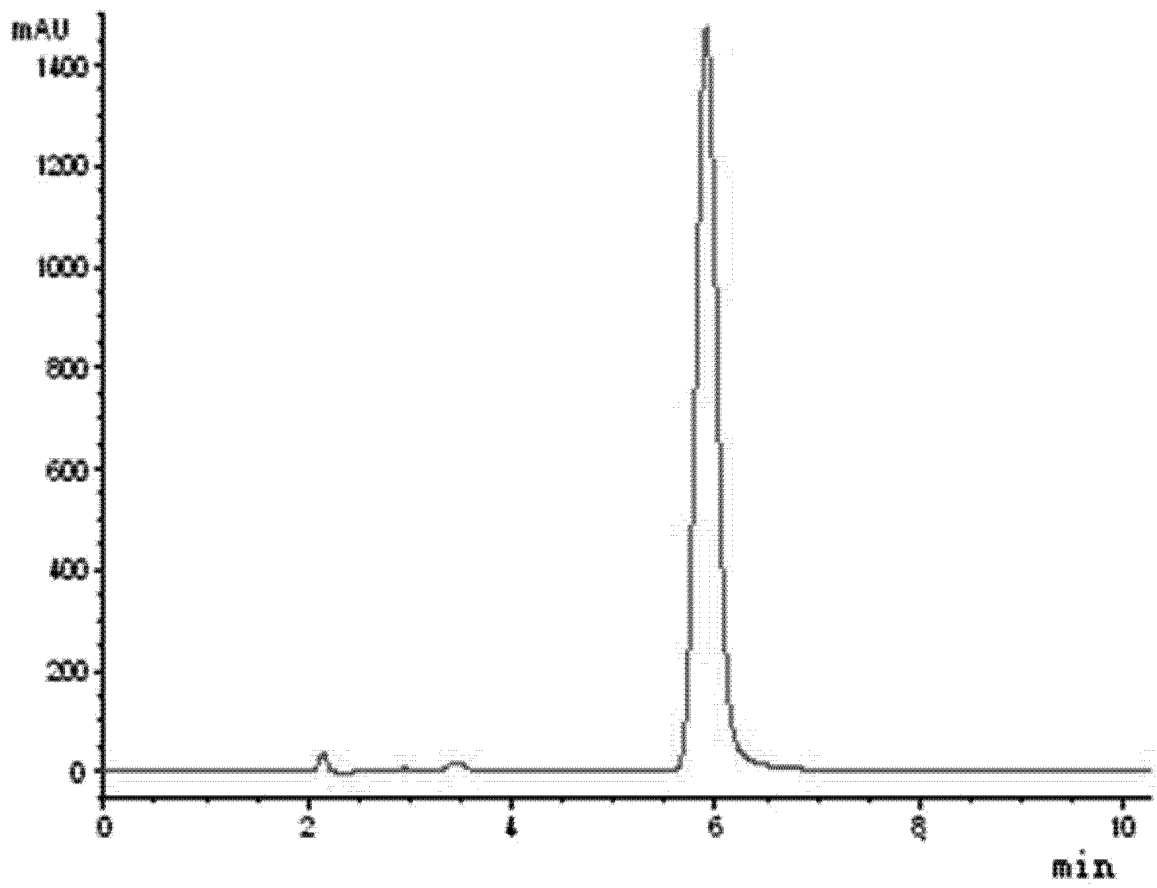


图 2

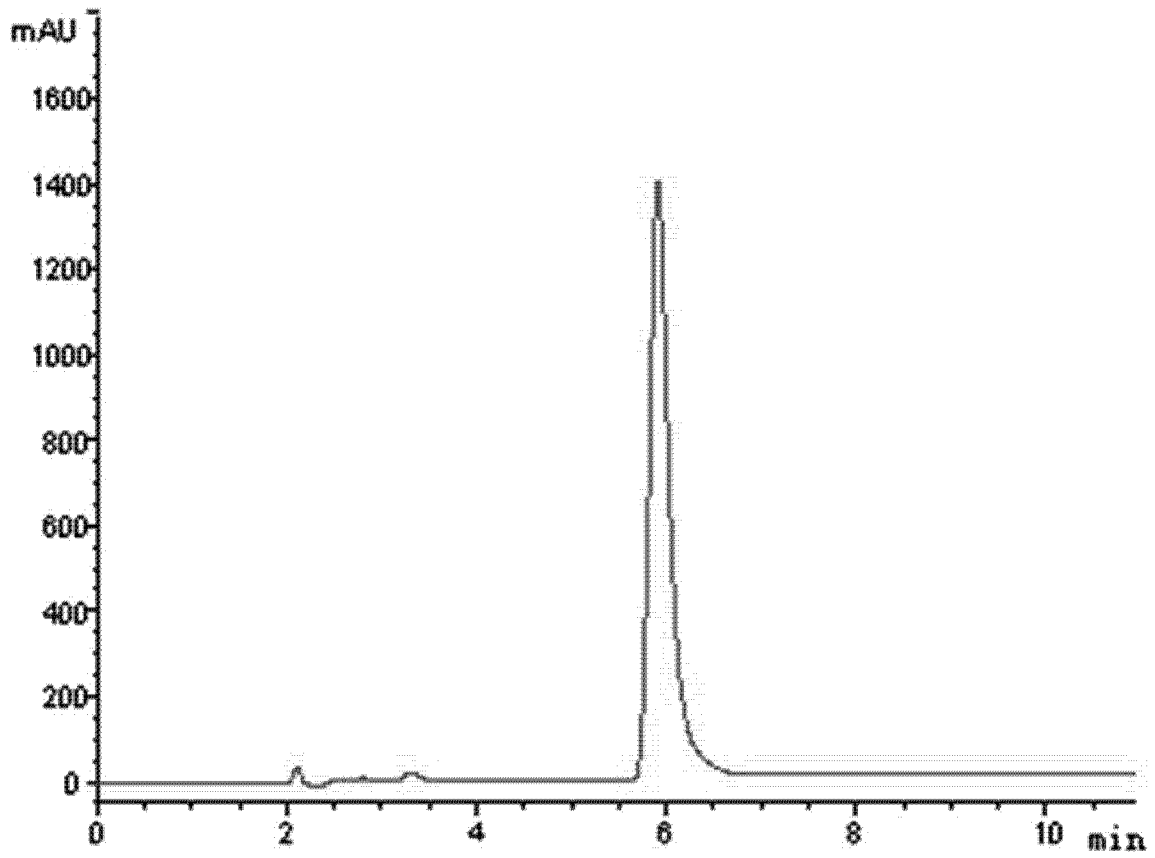


图 3

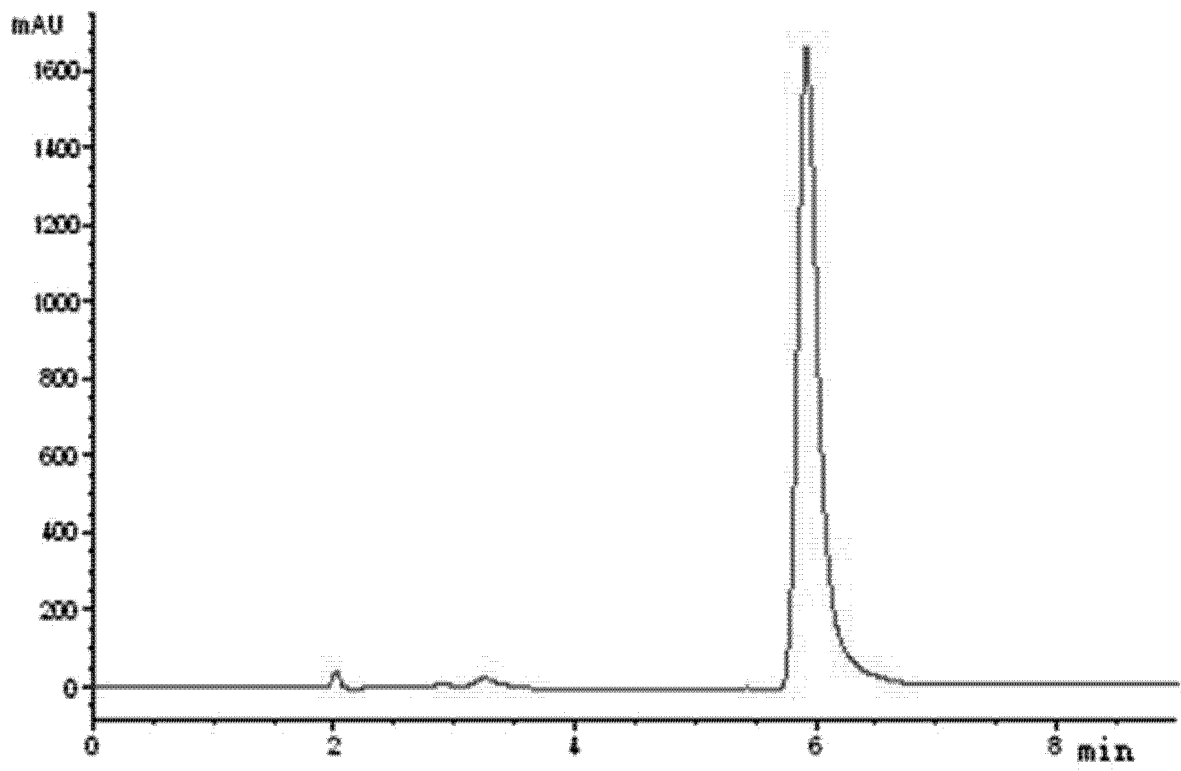


图 4