



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3829—2014

---

## 进出口氧化型染发剂中 2-硝基-*p*-苯二胺 及其盐类测定 高效液相色谱法

Determination of 2-nitro-1,4-benzenediamine and its salts in oxidative hair dyes  
for import and export—High performance liquid chromatography

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局技术中心，中华人民共和国珠海出入境检验检疫局技术中心。

本标准主要起草人：赖莺、林睿、王鸿辉、陈和秀、董清木、冯家望、黄宗平、葛秀秀、杨秋菊、任安书。

## 进出口氧化型染发剂中 2-硝基-*p*-苯二胺 及其盐类测定 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了氧化型染发剂中 2-硝基-*p*-苯二胺及其盐类的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于氧化型染发剂中 2-硝基-*p*-苯二胺及其盐类的测定。

### 2 原理

试样用乙醇-水(1+1)超声提取,提取液经过滤后,用高效液相色谱法测定。根据其保留时间及紫外吸收光谱图定性,外标法定量。

### 3 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为去离子水或相当纯度的水。

3.1 乙醇:色谱纯。

3.2 柠檬酸。

3.3 辛烷磺酸钠。

3.4 乙醇-水(1+1):取等体积乙醇(3.1)与纯水混合。

3.5 2-硝基-*p*-苯二胺标准品(2-nitro-1,4-benzenediamine,CAS 号:5307-14-2);纯度 $\geq 97\%$ 。

3.6 标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 2-硝基-*p*-苯二胺(3.5)0.1 g(采用 2-硝基-*p*-苯二胺盐类标准品需等摩尔换算为游离基),精确到 0.000 2 g,置于 100 mL 容量瓶中,用乙醇-水(3.4)稀释至刻度,充分摇匀。

3.7 标准工作溶液:移取适量标准储备液(3.6),用乙醇-水(3.4)稀释成浓度为 10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 的标准工作溶液。

3.8 有机系过滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

### 4 仪器与设备

4.1 高效液相色谱仪,带二极管阵列检测器。

4.2 超声波清洗器( $\geq 220\text{ W}$ )。

4.3 旋涡混合器。

4.4 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

4.5 电子天平:感量 0.1 mg。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取

称取 1.0 g 样品(精确到 0.000 2 g),置于 25 mL 具塞比色管,用乙醇-水(3.4)稀释至刻度。在旋涡混合器上混匀后,超声波萃取 15 min,转移至 25 mL 具塞离心管,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,上清液过 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜后进行液相色谱测定。

## 5.2 测定

### 5.2.1 液相色谱条件

液相色谱条件如下：

- 色谱柱： $C_{18}$ 柱，250 mm×4.6 mm，5  $\mu$ m，或相当者。
- 柱温：30  $^{\circ}$ C。
- 流动相：称取辛烷磺酸钠 2.34 g，柠檬酸 2.10 g，加水至 1 000 mL。取此溶液 750 mL 与 250 mL 乙腈混合成含 25% 乙腈的柠檬酸缓冲溶液，临用前过 0.45  $\mu$ m 滤膜。
- 检测器扫描范围：190 nm～600 nm。
- 测定波长：410 nm。
- 流速：1.0 mL/min。
- 进样量：5  $\mu$ L。

### 5.2.2 标准工作曲线绘制

标准工作溶液系列(3.7)按色谱条件(5.2.1)进行测定，以色谱峰面积为纵坐标，与其对应的浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线。

### 5.2.3 样品的测定

根据 5.1 进行样品提取，得到的样液按色谱条件(5.2.1)进行测定，记录色谱峰的保留时间、紫外可见吸收光谱和峰面积，根据保留时间和紫外可见吸收光谱定性，峰面积定量。被测组分含量超出标准曲线范围的试样可适当稀释后进行测定。标准品的色谱图参见附录 A 中图 A.1。

## 5.3 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

## 6 结果计算

试样中 2-硝基 *p*-苯二胺或其盐类的含量按式(1)计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $X$  —— 试样中被测组分的含量，%；  
 $c$  —— 样液中被测组分的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；  
 $c_0$  —— 空白样液中被测组分的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；  
 $V$  —— 样液最终体积，单位为毫升(mL)；  
 $m$  —— 试样的质量，单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

## 7 测定低限和回收率

7.1 本方法对 2-硝基 *p*-苯二胺的测定低限为 0.006%。

7.2 2-硝基 *p*-苯二胺含量在 0.006%～0.60% 范围，回收率在 90.42%～99.40%。

## 8 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 10%。

附录 A  
(资料性附录)  
2-硝基-*p*-苯二胺标准品色谱图

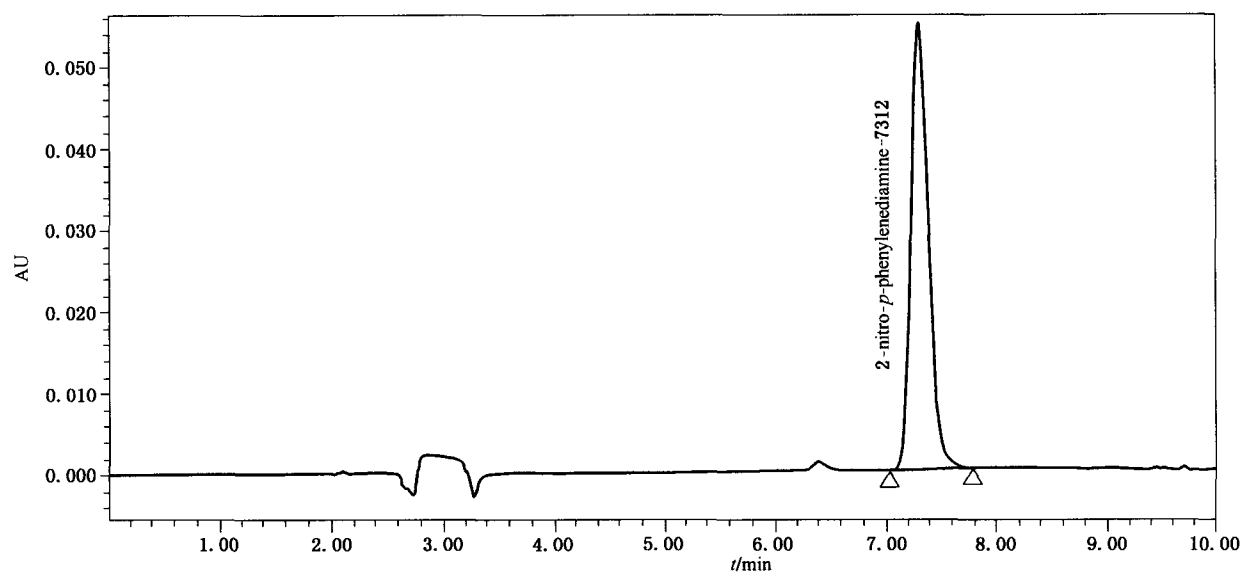


图 A.1 2-硝基-*p*-苯二胺标准品色谱图(50 mg/L)

\_\_\_\_\_