

化粧品中硫之鑑別及含量測定

Identification and Assay for Sulfur in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中硫之鑑別及含量測定。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：LiChroCART®250-4，5 μm，內徑 4.0 mm × 25 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：四氫呋喃(tetrahydrofuran)及甲醇均採用液相層析級；去離子水(比電阻於 25℃可達 18 MΩ·cm 以上)；硫對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL 及 20 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑 0.45 μm，PVDF 材質。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

取硫對照用標準品約10 mg，精確稱定，置於10 mL容量瓶中，以四氫呋喃溶解並定容，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以甲醇稀釋至1.0~50 μg/mL，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，置於20 mL容量瓶中，加入四氫呋喃10 mL，以超音波振盪30分鐘，再以甲醇定容，經濾膜過濾，供作檢液。
 - 2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各20 μL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中硫之含量(%)：

$$\text{檢體中硫之含量(\%)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^{-4}$$

C：由標準曲線求得檢液中硫之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長263 nm。

層析管：LiChroCART®250-4，5 μm ，內徑4.0 mm $\times$ 25 cm。

移動相溶液：甲醇。

流速：1.0 mL/min 。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限為0.002%。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。