

化粧品中防腐劑檢驗方法－ DMDM Hydantoin及Bronopol之鑑別及含量測定
Method of Test for Preservatives in Cosmetics- Identification and Assay of
DMDM Hydantoin and Bronopol

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中DMDM hydantoin及bronopol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：CAPCELL PAK C18或同級品，5 μm ，內徑4.6 mm $\times$ 25 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：乙腈採用液相層析級；去離子水(比電阻於25 $^{\circ}\text{C}$ 可達18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；磷酸二氫鉀(KH_2PO_4)採用試藥特級；DMDM hydantoin及bronopol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 ，Nylon材質。
 - 2.4. 0.01M磷酸二氫鉀溶液之調製：

稱取磷酸二氫鉀1.36 g，以去離子水溶解使成1000 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：

取0.01M磷酸二氫鉀溶液與乙腈以95：5 (v/v)之比例混合，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

取DMDM hydantoin及bronopol對照用標準品各約20 mg，精確稱定，共置於20 mL容量瓶中，以0.01M磷酸二氫鉀溶液溶解並定容，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以0.01M磷酸二氫鉀溶液稀釋至1~100 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.7. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約0.5 g，精確稱定，置於10 mL容量瓶中，加入

0.01M磷酸二氫鉀溶液8 mL，以超音波振盪30分鐘，再以0.01M磷酸二氫鉀溶液定容，經濾膜過濾，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10 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DMDM hydantoin或bronopol之含量(%)：

$$\text{檢體中 DMDM hydantoin 或 bronopol 之含量(\%)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^{-4}$$

C：由標準曲線求得檢液中 DMDM hydantoin 或 bronopol 之濃度 (µg/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210 nm。

層析管：CAPCELL PAK C18，5 µm，內徑4.6 mm × 25 cm。

移動相溶液：依2.5.節調製之溶液。

流速：1.0 mL/min。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限均為0.002%。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。