

护肤油中大麻二酚含量测定 -AL-N

1、适用范围

本方法适用护肤油中大麻二酚含量的高效液相色谱检测方法。

2、溶液的配制

- 1) 乙腈饱和的正己烷溶液：乙腈和正己烷各 100mL，混匀，静置，取上层溶液即可。
- 2) 正己烷饱和的乙腈溶液：乙腈和正己烷各 100mL，混匀，静置，取下层溶液即可。
- 3) 大麻二酚标准储备液 100mg/L：称取 5mg 大麻二酚标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 4) 大麻二酚标准工作液 10mg/L：吸取 0.2mL 大麻二酚标准储备液，用甲醇定容至 10mL，配制成 10 μ g/mL 的标准工作液。

3、提取步骤

准确称取 0.3 g 护肤油（精确至 0.001g）于 15 mL 离心管中，加入 3ml 乙腈饱和的正己烷溶解，再加入 3ml 正己烷饱和的乙腈，涡旋混匀，4000r/min 离心 5min，取下层乙腈层；正己烷层再次加入 3ml 正己烷饱和的乙腈重复提取一遍，合并乙腈层，待净化

4、净化步骤



SPE 柱：月旭 Welchrom® Alumina-N 小柱，规格：1000mg/6mL

活化：10ml 乙酸乙酯，5mL 乙腈，弃去；

上样：全部上样，收集；

洗脱：15mL 乙酸乙酯，合并收集；

浓缩：于常温氮吹至干，加入 1ml 乙腈复容，过 0.22 μ m NY 微孔滤膜，供上机检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：0.3g 样品中加入 100 μ L 10 μ g/mL 标准工作液，因此加标水平为 3.33mg/kg，最终机度数为 1.0 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 高效液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6*150mm, 5 μ m

流动相：0.015mol/L 磷酸二氢钠缓冲液（pH4.0）-乙腈=25：75

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

进样量：10 μ L

7、色谱图或者加标回收率结果



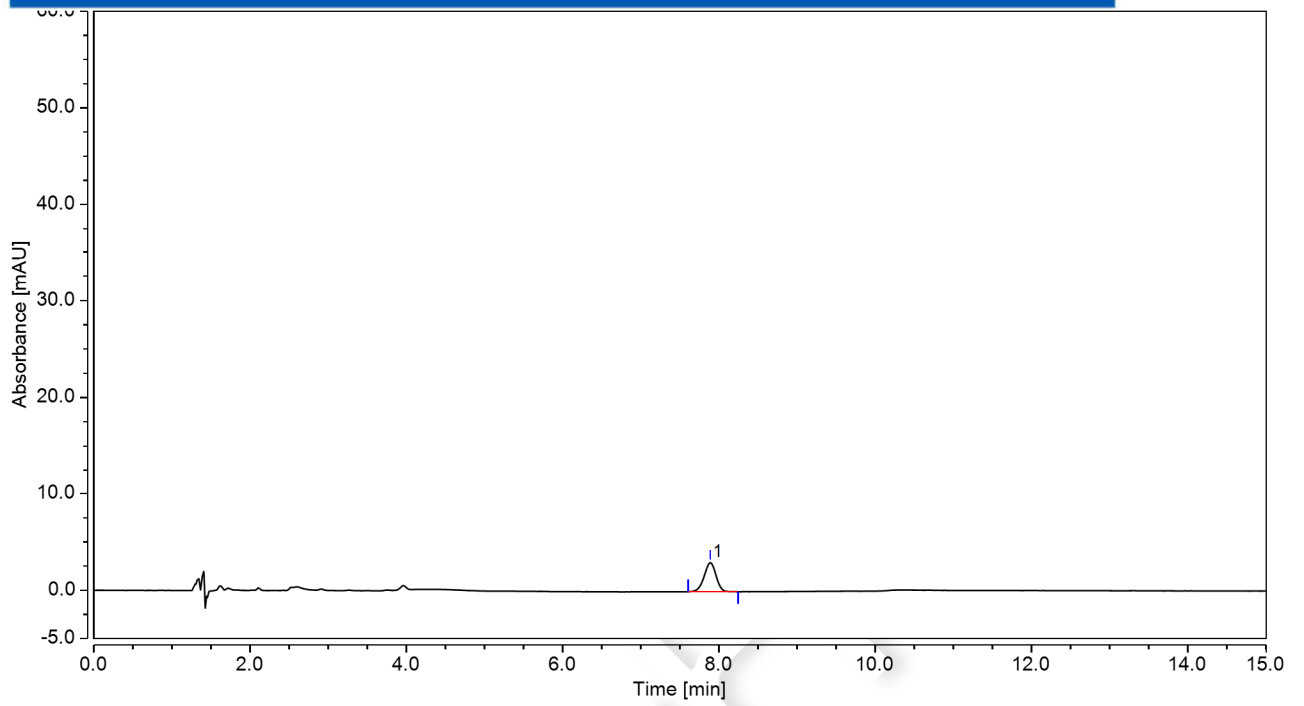


图 1.大麻二酚 1.0mg/L 图谱

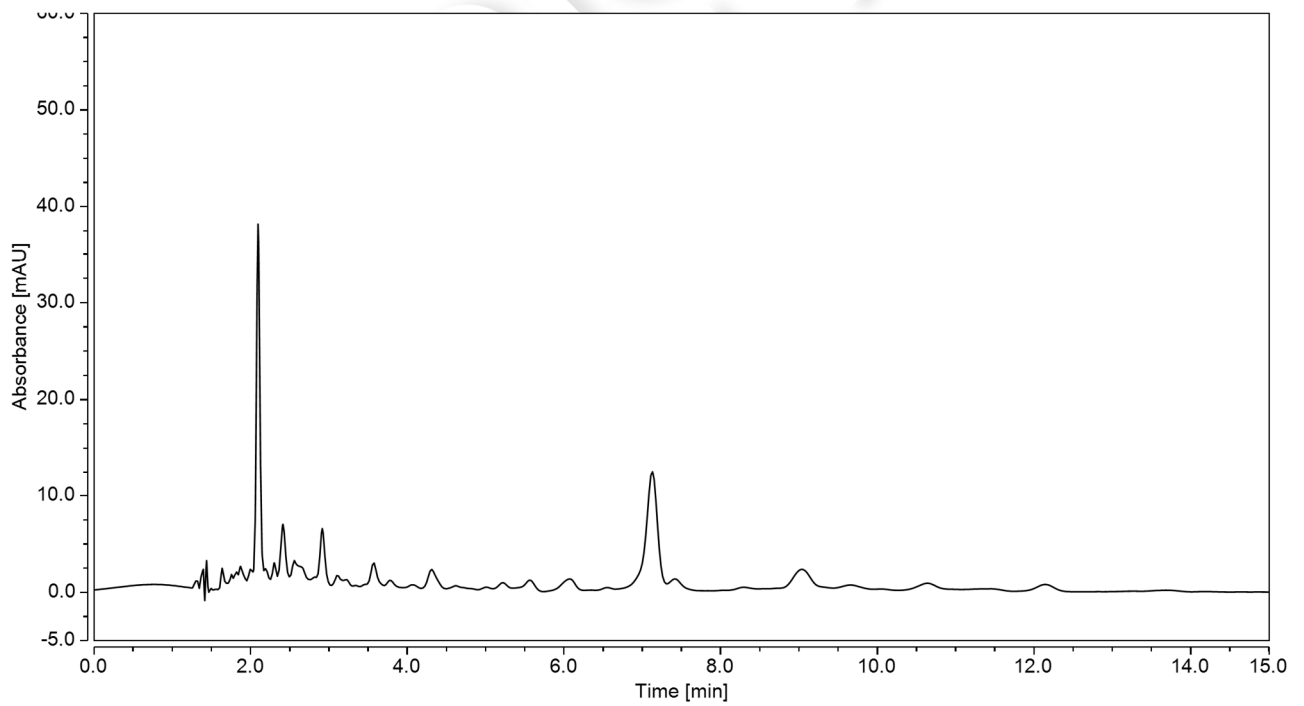


图 2.护肤油空白样品图谱



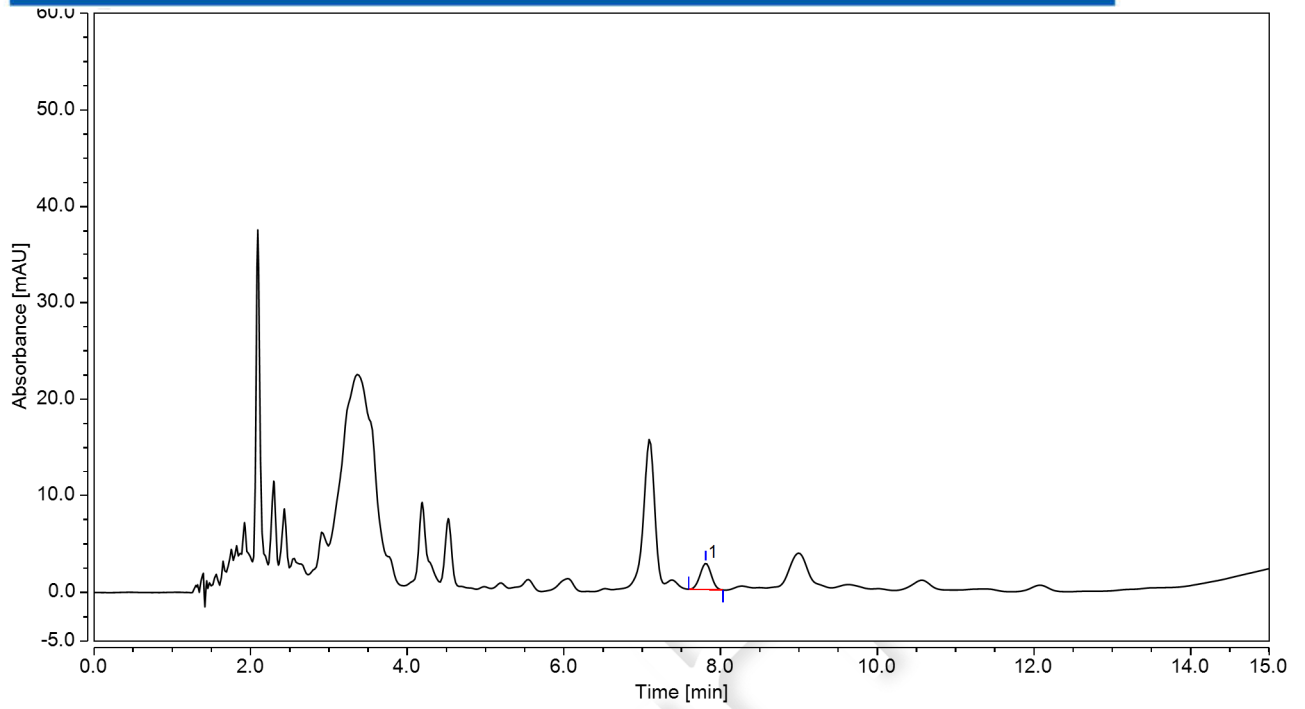


图 3.护肤油样品加标 3.33mg/kg 图谱

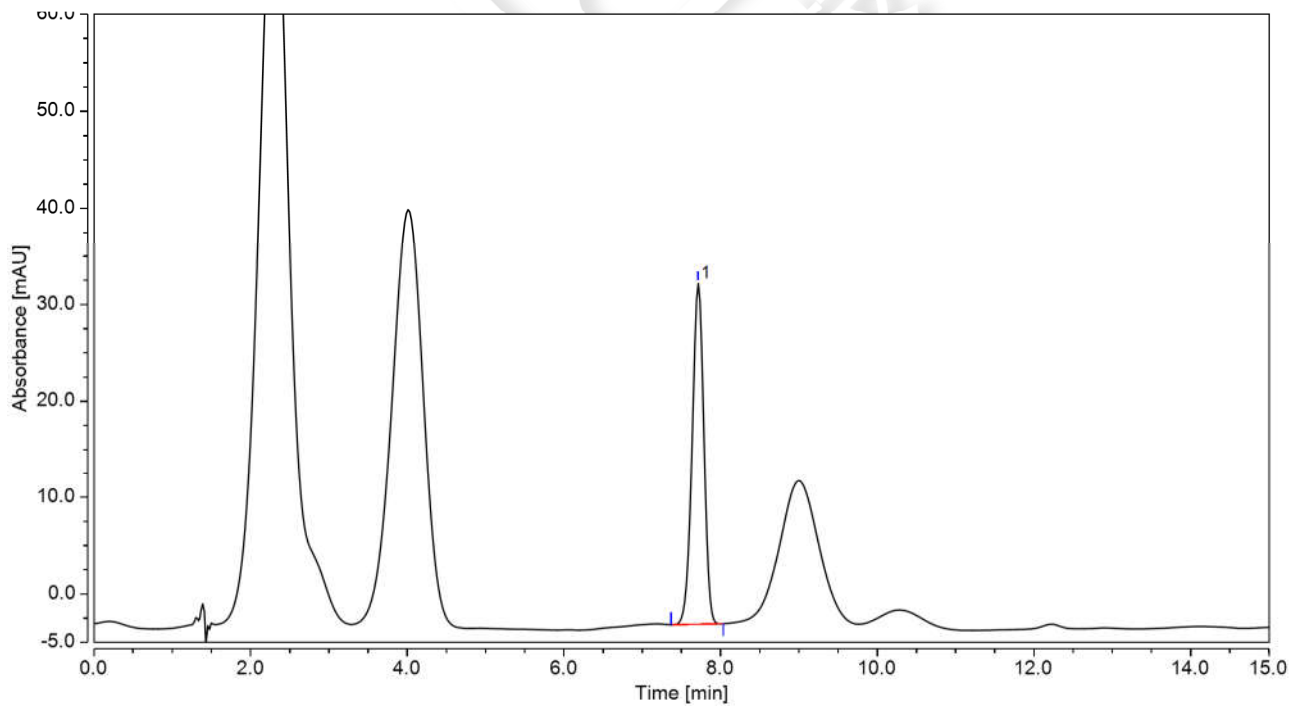


图 4.护肤油阳性样品（稀释 1000 倍）图谱



表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
护肤油	3.33mg/kg	83	2.67

物质	含量
护肤油（阳性）	51mg/g

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20007	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,1000mg/6ml,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,50mL,50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,15mL,50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18,4.6*150mm ,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk



