

国家食品药品监督管理局

公 告

2012 年 第 71 号

关于批准 4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚 作为化妆品原料使用的公告

经国家食品药品监督管理局化妆品技术审评专家委员会审核，现批准 4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚作为化妆品原料使用。

特此公告。

附件：[4-\(1-苯乙基\)-1,3-苯二酚技术要求](#)

监督管理局

月 5 日

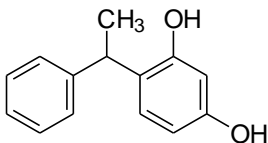
国家食品药品

2012 年 12

附件

4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚技术要求

【基本信息】

INCI 标准中文译名	苯乙基间苯二酚		
INCI 名称	Phenylethyl Resorcinol	ID	20674
化学名称	4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚		
CAS 号	85-27-8		
商品名	SymWhite® 377		
ELINCS 号	480-070-0		
分子式	C ₁₄ H ₁₄ O ₂		
化学结构式			
分子量	214.27		
原料来源	1,3-苯二酚和苯乙烯通过 Friedel-Crafts 烷基化反应生成苯乙基间苯二酚粗品。反应粗品经清洗、蒸馏、结晶等纯化步骤，得到最终产物。		

【理化性质】

颜色	白色至米黄色
状态	粉末
熔点	78 ~ 82 °C, 《中国药典》2010 年版二部附录 VI C
比旋度	-2 ~ +2 [20 °C, 10% (w/v) 于 96% 乙醇], GB/T 14454.5-2008

【鉴别】

项目	鉴别方法
紫外光谱法	在 280 nm 处有最大吸收, 《中国药典》2010 年版一部附录 VA
气相色谱法	按照含量测定方法, 与标准品色谱峰保留时间一致

【含量(纯度)测定】

含量	测定方法
≥ 99.0%	气相色谱法, 见附录 A

【杂质检查】

项目	指标	检验方法
铅	≤ 0.1 mg/kg	《化妆品卫生规范》2007 年版 铅 第一法
汞	≤ 0.01 mg/kg	《化妆品卫生规范》2007 年版 汞 第一法
砷	≤ 0.1 mg/kg	《化妆品卫生规范》2007 年版 砷 第三法
间苯二酚	≤ 10 mg/kg	国食药监保化〔2012〕13 号附件 9“化妆品中间苯二酚的检测方法”，将取样量调整为 0.5g，则检出浓度为 8 μg/g，见附录 B

【微生物指标】

项目	指标	检验方法
菌落总数	< 100 CFU/g	《化妆品卫生规范》2007 年版 微生物检验方法
霉菌和酵母菌总数	< 10 CFU/g	《化妆品卫生规范》2007 年版 微生物检验方法

【使用目的】

美白肌肤，通过抑制酪氨酸酶的活性抑制黑色素的形成

【使用范围】

各种皮肤护理产品

【使用限量】

0.5%

【其他限制和要求】

根据目前科学认识，尚无其他限制和要求

【注意事项】

本产品在正常使用下不会产生损害，但避免大量吸入及接触眼睛

【贮存条件】

贮存于密封容器中，避免曝露于光，热和潮湿环境

【保质期】

两年

附录 A

化妆品原料 4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚的测定方法 (气相色谱法)

样品用甲醇溶解后,用具有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪分离测定。根据保留时间定性,以峰高或峰面积定量,以外标法计算含量。本方法对 4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚的检出限为 2ng,定量下限为 8ng。若取 20mg 样品,本方法的检出浓度为 0.2%;最低定量浓度为 0.8%。

1. 试剂

- 1.1 高纯氮 (99.999%)。
- 1.2 高纯氢 (99.999%)。
- 1.3 甲醇,分析纯。
- 1.4 4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚标准品溶液:精密称取 4-(1-苯乙基)-1,3-苯二酚标准品 10mg,置 10mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制得浓度为 1mg/mL 的溶液,即得。

2. 仪器

- 2.1 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器的气相色谱仪。
- 2.2 天平:感量为 0.00001g。
- 2.3 容量瓶:10mL,20mL。

3. 分析步骤

3.1 供试品溶液的制备

取本品 20mg,精密称定,置 20mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

3.2 色谱条件

- a) 色谱柱:DB-1 毛细管柱 (100%聚二甲基硅氧烷, 30m×0.25μm×250μm) 或相当者;
- b) 程序升温:起始温度为 100℃,保持 1 分钟,以每分钟 10℃的速度升温至 250℃,维持 10 分钟;
- c) 进样口温度为 230℃;
- d) 检测器温度为 260℃;
- e) 载气: N₂, 流速: 1.2mL/min;
- f) 氢气流量: 40mL/min;
- g) 空气流量: 400mL/min;
- h) 尾吹气氮气流量: 20mL/min;
- i) 进样方式: 分流进样, 分流比:20:1;
- j) 进样量: 1μL。

注:载气、空气、氢气流速随仪器而异,操作者可根据仪器及色谱柱等差异,通过试验选择最佳操作条件。

3.3 测定

精密量取供试品溶液与标准品溶液各 1μL,分别注入气相色谱仪,采用单点外标法定量。

附录 B

化妆品中间苯二酚的检测方法

1 适用范围

本方法规定了采用液相色谱法测定化妆品中间苯二酚（CAS：108-46-3）含量的方法。

本方法适用于非染发类发用产品中间苯二酚含量的测定。

2 方法提要

样品在经过提取后，经高效液相色谱仪分离，二极管阵列检测器检测，根据峰面积定量，以标准曲线法计算含量。本方法对间苯二酚的检出限为 0.001 μg ，定量下限为 0.003 μg ；取样品 0.25 g，则检出浓度为 16 $\mu\text{g/g}$ ，最低定量浓度为 45 $\mu\text{g/g}$ 。

3 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为一级实验用水。以下操作均在避光条件下进行。

3.1 间苯二酚，纯度 >99.0%。

3.2 甲醇，色谱纯。

3.3 甲醇水溶液，甲醇：水（20：80）。

3.4 间苯二酚标准储备液（ $\rho = 0.5 \text{ g/L}$ ）：称取间苯二酚 0.025 g，精确到 0.0001 g，置于 50 mL 棕色容量瓶中，加入甲醇水溶液（3.3）溶解并定容至 50 mL，即得质量浓度为 0.5 mg/mL 的间苯二酚标准储备溶液。避光保存，5 日内稳定。

3.5 系列浓度间苯二酚标准溶液：配制质量浓度分别为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 和 200 $\mu\text{g/mL}$ 的系列间苯二酚标准工作溶液。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪：具有二极管阵列检测器。

4.2 分析天平：感量 0.0001 g。

4.3 超声波清洗器。

4.4 涡旋振荡器。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取试样 0.25 g，精确至 0.001 g，置于 25 mL 具塞比色管中，加入甲醇水溶液（3.3）20 mL，涡旋 60s 分散均匀，超声（功率：400W）提取 15 min，冷却到室温后，用甲醇水溶液（3.3）定容至 25 mL 刻度线，涡旋振荡摇匀，混液过 0.45 μm 有机系滤膜，滤液可根据需要用甲醇水溶液（3.3）进行稀释，保存于 2 mL 棕色进样瓶中作为待测样液，备用。避光保存，5 日内稳定。

5.2 色谱条件

色谱柱：C18 柱，250 mm×4.6 mm，5 μm；或等效色谱柱；

流动相：甲醇：水（20：80）；

流速：1.0 mL/min；

检测波长：274 nm；

柱温：25 °C；

进样量：20 μL。

5.3 测定

在 5.2 色谱条件下，取系列浓度的标准溶液（3.5）分别进样，进行色谱分析，以系列标准溶液浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，进行线性回归，建立标准曲线，得到回归方程。取“5.1”项下处理得到的待测溶液进样，根据测定成分的峰面积，代入回归方程计算间苯二酚的质量浓度。按“6 计算”，计算样品中间苯二酚的含量。

5.4 平行实验

按以上步骤操作，对同一样品独立进行平行测定获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

6 计算

$$w = \frac{D\rho V}{m \times 10^6} \times 100$$

式中：w— 化妆品中间苯二酚的质量分数，%；

m— 样品取样量，g；

ρ— 测定成分的峰面积代入回归方程计算所得的间苯二酚质量浓度，μg/mL；

V— 样品定容体积，mL；

D— 稀释倍数（不稀释则为 1）。

7 回收率和精密度

方法的回收率为 97.5%~103.3%，相对标准偏差小于 3%（n=6）。

8 色谱图

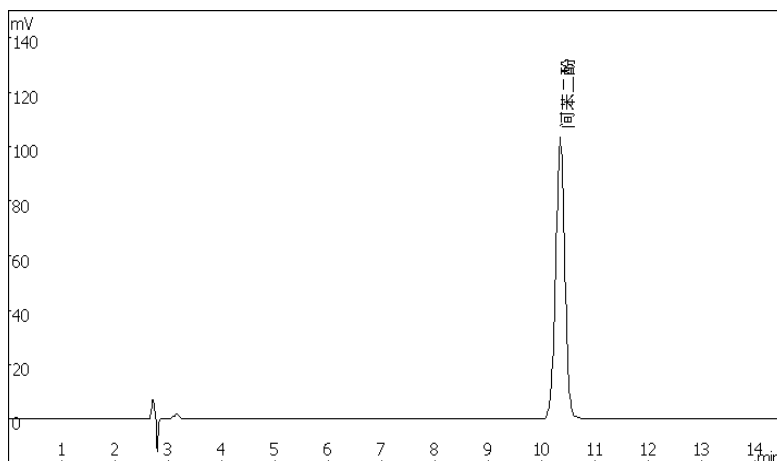


图 1 间苯二酚（200 μg/mL）的高效液相色谱图