

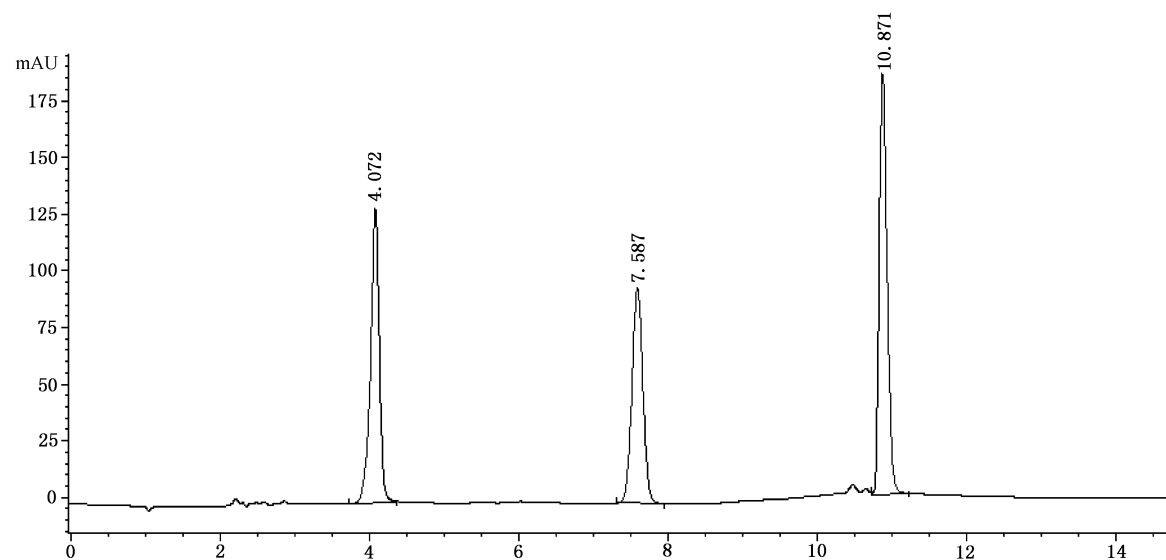


中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.3—2009

GB/T 24800.3—2009

附录 A (资料性附录) 标准物质的液相色谱图

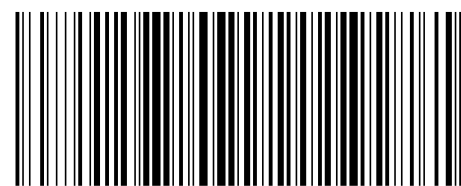


- 1—螺内酯(4.072 min);
- 2—过氧苯甲酰(7.587 min);
- 3—维甲酸(10.871 min)。

图 A.1 螺内酯、过氧苯甲酰和维甲酸的标准液相色谱图

化妆品中螺内酯、 过氧苯甲酰和维甲酸的测定 高效液相色谱法

Determination of spironolacton,
benzoyl peroxide and tretinoin in cosmetics by
high performance liquid chromatography method



GB/T 24800.3-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-39671

定价: 14.00 元

2009-11-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

其他方法进行确认试验。

5.3 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

5.4 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

6 结果计算

结果按式(1)计算(计算结果应扣除空白值):

$$X_i = \frac{c_i \cdot V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i ——样品中被测物质的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——标准曲线查得被测物质的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样品稀释后的总体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

7 方法检出限与定量限

螺内酯、过氧苯甲酰的检出限均为 2.5 mg/kg,定量限均为 5 mg/kg;维甲酸的检出限为 1 mg/kg,定量限为 2.5 mg/kg。

8 回收率与精密度

在添加浓度 5 mg/kg~50 mg/kg 浓度范围内,回收率在 85%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

9 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

中华人民共和国
国家标准
化妆品中螺内酯、
过氧苯甲酰和维甲酸的测定
高效液相色谱法
GB/T 24800.3—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷
*
书号:155066·1-39671 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

4 仪器

- 4.1 液相色谱仪,配有二极管阵列检测器。
 4.2 微量进样器,10 μL 。
 4.3 超声波清洗器。
 4.4 离心机,大于 5 000 r/min。
 4.5 溶剂过滤器和 0.45 μm 有机过滤膜。
 4.6 具塞比色管,10 mL。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取化妆品试样约 0.2 g,精确到 0.001 g,于 10 mL 具塞比色管中,加入 8 mL 甲醇,在超声波清洗器中超声振荡 20 min,冷却后用甲醇稀释至刻度,混匀。取部分溶液放入离心管中,在离心机上于 5 000 r/min 离心 20 min,离心后的上清液经 0.45 μm 有机滤膜过滤,滤液待测定用。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

- 5.2.1.1 色谱柱:Kromasil C₁₈柱(250 mm×4.6 mm 内径,5 μm);
 5.2.1.2 流动相:A:甲醇,B:0.025 mol/L 磷酸二氢钠溶液(pH6.5)(3.9),梯度洗脱条件见表 1。

表 1 方法的梯度洗脱条件

时间/min	A/%	B/%
0	80	20
5	80	20
7	90	10
13	90	10

5.2.1.3 流速:1.0 mL/min;

5.2.1.4 柱温:25 $^{\circ}\text{C}$;

5.2.1.5 检测波长:0~9.50 min,240 nm,9.51 min~13 min,335 nm;

5.2.1.6 进样量:10 μL 。

5.2.2 标准工作曲线绘制

分别移取一系列浓度为 1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 的混合标准工作溶液,按色谱条件(5.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。

标准物质色谱图参见附录 A 的图 A.1。

5.2.3 试样测定

用微量注射器准确吸取试样溶液(5.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,由色谱峰的峰面积可从标准曲线上求出相应的被测物浓度。样品溶液中的被测物的响应值均应在仪器测定的线性范围之内。被测物含量高的试样可取适量试样溶液用流动相稀释后进行测定。

5.2.4 定性确认

液相色谱仪对样品进行定性测定,进行样品测定时,如果检出螺内酯、过氧苯甲酰或维甲酸的色谱峰的保留时间与标准品相一致,并且在扣除背景后的样品色谱图中,该物质的紫外吸收图谱与标准品的紫外吸收图谱相一致,则可初步判断样品中存在螺内酯、过氧苯甲酰或维甲酸。必要时,阳性样品需用

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准负责起草单位:中国检验检疫科学研究院、上海市日用化学工业研究所、上海香料研究所。

本标准主要起草人:王星、武婷、马强、张庆、肖海清、沈敏、康薇。