



中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.2—2009

化妆品中四十一一种糖皮质激素的测定 液相色谱/串联质谱法和薄层层析法

Determination of 41 glucocorticoids
in cosmetics by LC-MS-MS and TLC method

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

前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 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。

本标准起草单位：大连市产品质量监督检验所、大连标准检测技术研究中心、国家日化产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：潘炜、李鹏、毛希琴、王春燕、郑顺利、关成、于利军、董广彬。



引 言

本标准中的被测物质是我国《化妆品卫生规范》规定的禁用物质,不得作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中。如果技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,则化妆品成品应符合《化妆品卫生规范》对化妆品的一般要求,即在正常及合理的、可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质的限量值,本标准的制定,仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。



化妆品中四十一一种糖皮质激素的测定

液相色谱/串联质谱法和薄层层析法

1 范围

本标准规定了化妆品中 41 种糖皮质激素的液相色谱/串联质谱方法和薄层层析方法二种测定方法。

本标准液相色谱/串联质谱测定方法适用于化妆品中糖皮质激素的定量测定,其检出限为 $0.03\ \mu\text{g/g}$,定量限为 $0.1\ \mu\text{g/g}$ 。

本标准薄层层析方法适用于化妆品中糖皮质激素的定性筛选。点样量为 10 mg 时,其检出限为 $50\ \mu\text{g/g}$;点样量为 20 mg 时,其检出限可达 $25\ \mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

糖皮质激素 glucocorticoids

糖皮质激素类药物属甾体类化合物,外用糖皮质激素的基本化学结构为氢化可的松结构。即含 17 个碳原子的环戊烷并多氢菲母核、C10 和 C13 位上有甲基、C17 位上有二碳侧链、C3 位酮基和 C4-C5 位双键。在此基础上,进行 C1-C2 位脱氢、C6- α 位甲基化、C9- α 位氟化、C11 位羟基化等修饰后,构成一类应用范围不同、效果强弱不同的糖皮质激素类药物。

4 液相色谱-串联质谱法

4.1 原理

膏霜类化妆品用饱和氯化钠溶液分散,精油类化妆品用正己烷分散,用乙腈从分散液中提取激素类药物,用亚铁氰化钾和醋酸锌从提取液中沉淀大分子基质,经固相萃取小柱净化,用反相高效液相色谱/串联质谱测定,外标法定量。

4.2 试剂与标准物质

4.2.1 甲醇:色谱纯。

4.2.2 乙腈:色谱纯。

4.2.3 乙酸:色谱纯。

4.2.4 正己烷:分析纯。

- 4.2.5 饱和氯化钠溶液。
- 4.2.6 10%亚铁氰化钾溶液：称量 115 g $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 固体，用水溶解定容至 1 L。
- 4.2.7 20%乙酸锌溶液：称量 239 g $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 固体，用水溶解定容至 1 L。
- 4.2.8 Oasis HLB 固相萃取小柱¹⁾或相当者：60 mg, 3 mL。
- 4.2.9 样品过滤器：有机膜，孔径 0.2 μm 。
- 4.2.10 标准物质：41 种糖皮质激素标准物质的分子式、相对分子质量、CAS 登录号列于表 1，纯度不小于 99.0%。化学结构图参见附录 A 的图 A.1。

表 1 41 种糖皮质激素药物中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量

序号	中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量
1	曲安西龙	Triamcinolone	124-94-7	$\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{FO}_6$	394.179 2
2	泼尼松龙	Prednisolone	50-24-8	$\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_5$	360.193 7
3	氢化可的松	Hydrocortisone	50-23-7	$\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_5$	362.209 3
4	泼尼松	Prednisone	53-03-2	$\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{O}_5$	358.178 0
5	可的松	Cortisone	53-06-5	$\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_5$	360.193 7
6	甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	83-43-2	$\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{O}_5$	374.209 3
7	倍他米松	Betamethasone	378-44-9	$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5$	392.199 9
8	地塞米松	Dexamethasone	50-02-2	$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5$	392.199 9
9	氟米松	Flumethasone	2135-17-3	$\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{F}_2\text{O}_5$	410.190 5
10	倍氯米松	Beclomethasone	4419-39-0	$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{ClO}_5$	408.170 4
11	曲安奈德	Triamcinolone acetonide	76-25-5	$\text{C}_{24}\text{H}_{31}\text{FO}_6$	434.210 5
12	氟氢缩松	Fludroxycortide	1524-88-5	$\text{C}_{24}\text{H}_{33}\text{FO}_6$	436.226 1
13	曲安西龙双醋酸酯	Triamcinolone diacetate	67-78-7	$\text{C}_{25}\text{H}_{31}\text{FO}_8$	478.200 3
14	泼尼松龙醋酸酯	Prednisolone 21-acetate	52-21-1	$\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$	402.204 2
15	氟米龙	Fluoromethalone	426-13-1	$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_4$	376.205 0
16	氢化可的松醋酸酯	Hydrocortisone 21-acetate	50-03-3	$\text{C}_{23}\text{H}_{32}\text{O}_6$	404.220 0
17	地夫可特	Deflazacort	14484-47-0	$\text{C}_{25}\text{H}_{31}\text{NO}_6$	441.215 1
18	氟氢可的松醋酸酯	Fludrocortisone 21-acetate	514-36-3	$\text{C}_{23}\text{H}_{31}\text{FO}_6$	422.210 5
19	泼尼松醋酸酯	Prednisone 21-acetate	125-10-0	$\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_6$	400.188 6
20	可的松醋酸酯	Cortisone 21-acetate	50-04-4	$\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$	402.204 2
21	甲基泼尼松龙醋酸酯	Methylprednisolone 21-acetate	53-36-1	$\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_6$	416.219 9
22	倍他米松醋酸酯	Betamethasone 21-acetate	987-24-6	$\text{C}_{24}\text{H}_{31}\text{FO}_6$	434.210 5
23	布地奈德	Budesonide	51372-29-3	$\text{C}_{25}\text{H}_{34}\text{O}_6$	430.235 5
24	氢化可的松丁酸酯	Hydrocortisone 17-butyrate	13609-67-1	$\text{C}_{25}\text{H}_{36}\text{O}_6$	432.251 2
25	地塞米松醋酸酯	Dexamethasone 21-acetate	1177-87-3	$\text{C}_{24}\text{H}_{31}\text{FO}_6$	434.210 5

1) Oasis HLB 固相萃取小柱是 Waters 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本标准的使用者。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

表 1 (续)

序号	中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量
26	氟米龙醋酸酯	Fluorometholone 17-acetate	3801-06-7	C ₂₄ H ₃₁ FO ₅	418.215 6
27	氢化可的松戊酸酯	Hydrocortisone 17-valerate	57524-89-7	C ₂₆ H ₃₈ O ₆	446.266 8
28	曲安奈德醋酸酯	Triamcinolone acetonide acetate	3870-07-3	C ₂₆ H ₃₃ FO ₇	476.221 0
29	氟轻松醋酸酯	Fluocinonide	356-12-7	C ₂₆ H ₃₂ F ₂ O ₇	494.211 6
30	二氟拉松双醋酸酯	Diflorasone diacetate	33564-31-7	C ₂₆ H ₃₂ F ₂ O ₇	494.211 6
31	倍他米松戊酸酯	Betamethasone 17-valerate	2152-44-5	C ₂₇ H ₃₇ FO ₆	476.257 4
32	泼尼卡酯	Prednicarbate	73771-04-7	C ₂₇ H ₃₆ O ₈	488.241 0
33	哈西奈德	Halcinonide	3093-35-4	C ₂₄ H ₃₂ ClFO ₅	454.192 2
34	阿氯米松双丙酸酯	Alclomethasone dipropionate	66734-13-2	C ₂₈ H ₃₇ ClO ₇	520.222 8
35	安西奈德	Amcinonide	51022-69-6	C ₂₈ H ₃₅ FO ₇	502.236 7
36	氯倍他索丙酸酯	Clobetasol 17-propionate	25122-46-7	C ₂₅ H ₃₂ ClFO ₅	466.192 2
37	氟替卡松丙酸酯	Fluticasone propionate	80474-14-2	C ₂₅ H ₃₁ F ₃ O ₅ S	500.184 4
38	莫米他松糠酸酯	Mometasone furoate	83919-23-7	C ₂₇ H ₃₀ Cl ₂ O ₆	520.141 9
39	倍他米松双丙酸酯	Betamethasone dipropionate	5593-20-4	C ₂₈ H ₃₇ FO ₇	504.252 3
40	倍氯米松双丙酸酯	Beclometasone dipropionate	5534-09-8	C ₂₈ H ₃₇ ClO ₇	520.222 8
41	氯倍他松丁酸酯	Clobetasone 17-butyrate	25122-57-0	C ₂₆ H ₃₂ ClFO ₅	478.192 2

4.2.11 标准贮备液(1 mg/mL):准确称取标准物质(4.2.10)各 10.0 mg,用甲醇分别溶解定容至 10.0 mL,于-18 ℃下冷冻保存。

4.2.12 标准混合工作溶液:分别取(4.2.11)标准贮备液 1.0 mL 混合,用甲醇定容于 50 mL,制成浓度为 20 μg/mL 的标准混合储备溶液,于-18 ℃下冷冻保存。临用时用 40%乙腈水溶液稀释成 0.05 μg/mL、0.10 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL 系列浓度的标准混合工作溶液,用于制作标准曲线。

4.3 仪器

- 4.3.1 高效液相色谱-串联质谱检测器(ESI 源)。
- 4.3.2 分析天平:感量 0.1 mg;0.01 mg。
- 4.3.3 漩涡混合器。
- 4.3.4 离心机:转速 5 000 r/min,容量 10 mL;50 mL。

4.4 试样制备

4.4.1 提取

4.4.1.1 膏霜类化妆品

称取 0.2 g 样品(精确至 0.01 g)于 10 mL 具塞塑料离心管中,加入 3 mL 饱和氯化钠溶液(4.2.5),于漩涡混合器上混合使样品分散,准确加入 2 mL 乙腈,充分涡旋提取 2 min,5 000 r/min 离心 10 min,吸出上层清液于另一 50 mL 具塞塑料离心管中,下层氯化钠溶液用 2 mL 乙腈重复提取步骤一次,合并二次乙腈提取液,往提取液中准确加入 40 mL 高纯水,混匀,加入亚铁氰化钾溶液(4.2.6)0.2 mL,混匀,加入乙酸锌溶液(4.2.7)0.2 mL,混匀,5 000 r/min 离心 10 min,清液待进行固相萃取小柱净化。

4.4.1.2 精油类化妆品

称取 0.5 g 样品(精确至 0.01 g)于 20 mL 尖底具塞塑料离心管中,加入正己烷 4 mL,于漩涡混合器上混合至样品分散,准确加入 50%乙腈水溶液 4 mL,充分漩涡提取 2 min,5 000 r/min 离心 10 min,吸取下层提取液至一 50 mL 具塞塑料离心管中,上层正己烷用 4 mL 50%乙腈水溶液重复上述提取步骤一次,合并二次 50%乙腈提取液,往提取液中准确加入 36 mL 高纯水,混合,加入亚铁氰化钾溶液(4.2.6)0.1 mL,混匀,加入乙酸锌溶液(4.2.7)0.1 mL,混匀,5 000 r/min 离心 10 min,清液待进行固相萃取小柱净化。

4.4.1.3 爽肤水类、洗面奶类、面膜类等化妆品

按 4.4.1.1 的方法处理。

4.4.2 净化

Oasis HLB 固相萃取小柱(4.2.8)接上固相萃取装置,小柱上端紧密连接一 20 mL~50 mL 垫有滤纸的磨口漏斗,小柱预先依次用 5 mL 甲醇、10mL 水进行活化。将待净化的样品清液(4.4.1)倒入漏斗,经滤纸过滤后流经小柱,待样品溶液自然流尽后,用 10 %的乙腈水溶液 10 mL 清洗小柱,待清洗液自然流尽后,取下漏斗,用吸球吹出小柱中的残留液。在柱出口处接一 10 mL 具塞玻璃离心管,用 4 mL 甲醇淋洗小柱,待甲醇自然流尽后,用吸球吹出小柱中残留液。取下离心管,准确加入 4.0 mL 高纯水,混合,经 0.2 μ m 样品滤器过滤后作为测定液。也可将接收的 4 mL 甲醇用氮气吹干,根据需要的浓度用 50%的甲醇水溶液重新溶解定容后测定。

4.5 测定

4.5.1 液相色谱参考条件

以下为液相色谱参考条件:

- a) 色谱柱:SB C₁₈, 50 mm×2.1 mm(内径), 1.8 μ m,或相当者;
- b) 柱温:室温;
- c) 液相色谱流动相及参考分离条件见表 2;
- d) 进样体积:5 μ L。

表 2 液相色谱流动相及参考分离条件

时间/min	流速/(mL/min)	流动相 A(水,含 0.1%乙酸)	流动相 B(乙腈,含 0.1%乙酸)
0	0.3	68	32
3	0.3	68	32
12	0.3	25	75
14	0.3	25	75
14.1	0.3	68	32
16	0.3	68	32

4.5.2 质谱参考条件

以下为质谱参考条件:

- a) 电离方式:电喷雾电离,ESI(+);
- b) 离子喷雾电压:4 kV;
- c) 雾化气:氮气,38 Psi;
- d) 干燥气:氮气,流速:12 L/min,温度:350 $^{\circ}$ C;
- e) 碰撞气:氮气。
- f) 检测方式:多反应监测(MRM)。

41 种糖皮质激素药物的质谱测定参数见表 3。

表 3 41 种糖皮质激素药物的质谱测定参数

序号	药物名称	出峰时间	相对分子质量	母离子(锥孔电压)	子离子(碰撞能量)	
1	曲安西龙	0.86	394.179 2	395.2(140)	225.1(14)	357.1(8)
2	泼尼松龙	1.39	360.193 7	361.2(110)	146.9(20)	343.1(6)
3	氢化考的松	1.38	362.209 3	363.2(130)	121.0(24)	105.1(50)
4	泼尼松	1.47	358.178 0	359.2(110)	147.0(24)	341.1(6)
5	可的松	1.53	360.193 7	361.2(150)	163.1(20)	121.0(30)
6	甲基泼尼松龙	2.01	374.209 3	375.2(110)	357.1(6)	161.1(20)
7	倍他米松	2.26	392.199 9	393.2(130)	355.0(4)	146.8(24)
8	地塞米松	2.42	392.199 9	393.2(130)	355.0(4)	146.8(24)
9	氟米松	2.36	410.190 5	411.2(120)	253.0(10)	121.1(34)
10	倍氯米松	3.15	408.170 4	409.2(110)	391.1(6)	146.9(30)
11	曲安奈德	3.81	434.210 5	435.2(110)	338.9(10)	396.9(10)
12	氟氢缩松	3.55	436.226 1	437.2(160)	120.8(40)	180.9(30)
13	曲安西龙双醋酸酯	4.60	478.200 3	479.2(140)	321.0(10)	440.9(4)
14	泼尼松龙醋酸酯	4.79	402.204 2	403.2(110)	146.8(24)	384.9(6)
15	氟米龙	4.35	376.205 0	377.2(110)	278.9(10)	320.9(8)
16	氢化可的松醋酸酯	4.66	404.220 0	405.2(150)	309.1(12)	120.8(34)
17	地夫可特	5.35	441.215 1	442.2(180)	123.9(50)	141.9(36)
18	氟氢可的松醋酸酯	4.95	422.210 5	423.2(160)	238.9(22)	120.9(36)
19	泼尼松醋酸酯	5.64	400.188 6	401.2(120)	295.0(8)	146.8(24)
20	可的松醋酸酯	5.75	402.204 2	403.2(160)	162.8(24)	343.0(16)
21	甲基泼尼松龙醋酸	6.42	416.219 9	417.2(110)	399.2(6)	253.2(18)
22	倍他米松醋酸酯	6.50	434.210 5	435.2(110)	309.0(8)	337.0(8)
23	布地奈德	7.88	430.235 5	431.2(110)	413.1(6)	146.9(30)
24	氢化可的松丁酸酯	7.23	432.251 2	433.2(140)	120.8(24)	345.0(8)
25	地塞米松醋酸酯	6.95	434.210 5	435.2(110)	309.0(8)	337.0(8)
26	氟米龙醋酸酯	7.45	418.215 6	419.2(110)	279.0(10)	321.0(8)
27	氢化可的松戊酸酯	8.56	446.266 8	447.3(140)	120.8(30)	345.2(8)
28	曲安奈德醋酸酯	8.60	476.221 0	477.2(110)	320.8(12)	338.9(10)
29	氟轻松醋酸酯	8.48	494.211 6	495.2(120)	120.8(40)	337.0(12)
30	二氟拉松双醋酸酯	8.47	494.211 6	495.2(120)	316.8(8)	278.8(10)
31	倍他米松戊酸酯	9.45	476.257 4	477.3(110)	354.9(4)	278.8(14)
32	泼尼卡酯	10.28	488.241 0	489.2(120)	114.8(12)	380.9(6)
33	哈西奈德	9.66	454.192 2	455.2(160)	121.0(40)	104.9(48)
34	阿氯米松双丙酸酯	10.32	520.222 8	521.2(130)	301.0(10)	279.0(10)
35	安西奈德	10.29	502.236 7	503.2(110)	321.0(14)	338.9(10)

表 3 (续)

序号	药物名称	出峰时间	相对分子质量	母离子(锥孔电压)	子离子(碰撞能量)	
36	氯倍他索丙酸酯	10.26	466.192 2	467.2(110)	354.9(8)	372.9(6)
37	氟替卡松丙酸酯	10.25	500.184 4	501.2(110)	292.9(10)	312.9(8)
38	莫米他松糠酸酯	10.65	520.141 9	521.1(120)	503.0(4)	263.0(24)
39	倍他米松双丙酸酯	10.68	504.252 3	505.2(110)	278.9(12)	318.9(10)
40	倍氯米松双丙酸酯	11.43	520.222 8	521.2(120)	319.0(10)	503.0(4)
41	氯倍他松丁酸酯	11.71	478.192 2	479.2(150)	278.9(14)	342.8(12)

4.5.3 测定结果

4.5.3.1 定性结果

在相同实验条件下测定标准溶液和样品溶液,如果样品溶液中检出的色谱峰的保留时间与标准溶液中的某种组分峰的保留时间一致,并且所选择的两对子离子的质荷比一致,样品定性离子相对丰度与浓度相当标准工作溶液的定性离子的相对丰度进行比较时,相对偏差不超过表 4 规定的范围,则可判定样品中存在该组分。

41 种糖皮质激素标准物质提取离子(定量)质谱图参见附录 B 的图 B.1。

4.5.3.2 定量结果

相同实验条件下测定标准溶液和样品溶液,制作标准曲线,样品中糖皮质激素的含量用外标法定量,按式(1)计算含量。

$$R_i = c_i \times V/m \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- R_i ——样品中某种组分含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- c_i ——由标准曲线得出的样液中某种组分的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——样液定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品质量,单位为克(g)。

4.6 精密度

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的,重复性和再现性的值以 95%的可信度来计算。膏霜类和精油类化妆品重复性和再现性标准差的值参见附录 C 的表 C.1。

表 4 定性确定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

5 薄层层析法

5.1 原理

化妆品中的糖皮质激素药物经提取、净化、浓缩后,点于高效硅胶板上,经展开、显色后与标准品的 R_f 值及显色特征进行比较,判断样品中是否存在糖皮质激素。

5.2 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的一级水。与 4.2 相同的试剂与材料不再列出。

- 5.2.1 乙酸乙酯。
- 5.2.2 正己烷。
- 5.2.3 无水乙醇。

- 5.2.4 甲醇。
- 5.2.5 浓硫酸。
- 5.2.6 无水乙酸。
- 5.2.7 茴香醛(anisaldehyde):对甲氧基苯甲醛,CAS#[123-11-5]。
- 5.2.8 四氮唑蓝(blue tetrazolium):CAS#[1871-22-3]。
- 5.2.9 氢氧化钠。
- 5.2.10 12% NaOH 甲醇溶液:12 g NaOH 溶于 100 mL 的甲醇中。
- 5.2.11 标准混合工作溶液:分别取(4.2.11)标准贮备液各 0.5 mL,按表 5 分组分别混合至 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容,浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 5.2.12 薄层层析板:高效硅胶板 F254s²⁾,100 mm×100 mm,涂层厚度 0.20 mm,使用前在 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中活化 1 h,置于干燥器中放冷至室温,备用。
- 5.2.13 展开剂:乙酸乙酯+正己烷(11+10,体积比)。
- 5.2.14 显色剂 1:在冰水浴中依次向 90 mL 的无水乙醇(5.2.3)中加入 5 mL 浓硫酸(5.2.5)和 1 mL 无水乙酸(5.2.6),待混合均匀冷却后再向其中加入 5 mL 的茴香醛(5.2.7),混合均匀,待用。
- 5.2.15 显色剂 2:称取 20 mg 的四氮唑蓝(5.2.8)溶于 10 mL 甲醇(5.2.4)溶液,再加入 10 mL 12% NaOH 甲醇溶液(5.2.10),现用现配。

5.3 仪器

- 5.3.1 薄层色谱展开槽。
- 5.3.2 微量注射器:20 μL 。
- 5.3.3 玻璃喷雾器。
- 5.3.4 电吹风。
- 5.3.5 紫外灯:254 nm。
- 5.3.6 其他仪器同 4.3。

5.4 试样制备

5.4.1 非精油类化妆品

称取 0.2 g 样品(精确至 0.01 g)于 10 mL 具塞塑料离心管中,加入 3 mL 饱和氯化钠溶液(4.2.5),于涡旋混合器上混合至样品分散,准确加入 2 mL 乙腈,充分涡旋提取 2 min,5 000 r/min 离心 10 min,吸出上层清液于另一 50 mL 具塞塑料离心管中,下层氯化钠溶液用 2 mL 乙腈重复提取步骤一次,合并二次乙腈提取液,往提取液中准确加入 40 mL 高纯水,混匀,加入亚铁氰化钾溶液(4.2.6)0.2 mL,混匀,加入乙酸锌溶液(4.2.7)0.2 mL,混匀,5 000 r/min 离心 10 min,清液待进行固相萃取小柱净化。

Oasis HLB 固相萃取小柱(4.2.8)接上固相萃取装置,小柱上端紧密连接一 20 mL~50 mL 垫有滤纸的磨口漏斗,小柱预先依次用 5 mL 甲醇、10 mL 水进行活化。将待净化的样品溶液倒入漏斗,经滤纸过滤后流经小柱,待样品溶液自然流尽后,用 10% 的乙腈水溶液 10 mL 清洗小柱,待清洗液自然流尽后,取下漏斗,用吸球吹出小柱中的残留溶液。在柱出口处接一 10 mL 具塞玻璃离心管,用 4 mL 甲醇淋洗小柱,待甲醇自然流尽后,用吸球吹出柱中残留甲醇。用氮气将洗脱液吹至近干后准确加入 0.1 mL 甲醇,混匀后用于点板。

5.4.2 精油类化妆品

称取 0.5 g 样品于 10 mL 具塞塑料离心管中,加入 0.5 mL 正己烷(5.2.2)混合均匀,准确加入 0.5 mL 甲醇(5.2.4),于漩涡混合器上充分提取 2 min,5 000 r/min 离心 5 min,甲醇层溶液直接用于点板。

2) 本标准使用的高效硅胶板 F254s 是 MERCK 公司的产品,商品编号为 1.15696。给出这一信息是为了方便本标准的使用者。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

5.5 薄层层析

5.5.1 预展

用微量注射器在距离薄层色谱板下端 1.0 cm 的位置点上 10.0 μ L~20.0 μ L 的点样液,同时在水平位置上点上标准溶液(5.2.11)作为对照。同时点两张层析板。把薄层层析板放入装有甲醇的展开槽中,按倾斜上行法展开 0.6 cm~1.0 cm,从展开槽中取出薄层板,用电吹风将展开剂吹干,放置到干燥器中冷至室温,备用。

5.5.2 展开及显色

将(5.5.1)项中预展后的薄层层析板放入预先用展开剂(5.2.13)蒸汽饱和 10 min 后的展开槽中,按倾斜上行法展开,当展开剂前沿到达薄层板顶端时,从展开槽中取出薄层板,用电吹风将展开剂完全吹干后,置于紫外灯(5.3.5)下观察,用铅笔记录可疑点。然后将显色剂 1(5.2.14)均匀喷雾在其中的一张层析板上,用电吹风把展开剂吹干后放入 100 $^{\circ}$ C~110 $^{\circ}$ C 的恒温干燥箱中烘 7 min~10 min 使之显色,取出后立即目视观察显色结果。再将显色剂 2(5.2.15)均匀的喷雾在另一张层析板上,立即直接目视观察显色结果。

41 种糖皮质激素的参考 Rf 值、四氮唑蓝和茴香醛参考显色特征见表 5。

41 种糖皮质激素标准物质(5 组)及实测样品的参考薄层色谱图参见附录 D 的图 D.1。

注:显色结果需马上目视观察。

5.6 结果判定

在紫外灯下观察,若试样无与标准品 Rf 值相同的斑点,即可判定该样品中未检出 41 种糖皮质激素;

若试样中存在与标准品 Rf 值相同的斑点,且经四氮唑蓝和茴香醛显色后具有与标准品相同特征,即可判定该样品含有何种糖皮质激素;

若试样中存在与标准品相同 Rf 值的斑点,但经四氮唑蓝和茴香醛显色后与标准品显色特征有异,则需通过液相色谱/串联质谱法(第 4 章)进行确认。

表 5 41 种糖皮质激素的分组、Rf 值、四氮唑蓝及茴香醛的显色特征

分组	标准物质	Rf	四氮唑蓝显色	茴香醛显色
第 I 组	泼尼松	0.09	 紫色	 黛紫
	曲安奈德	0.18	 紫色	 棕绿
	氢化可的松丁酸酯	0.23	 紫色	 黛紫
	氢化可的松戊酸酯	0.27	 紫色	 黛紫
	二氟拉松双醋酸酯	0.34	 紫色	 藏青
	氟轻松醋酸酯	0.45	 紫色	 棕绿
	泼尼卡酯	0.55	 紫色	 铜绿
第 II 组	泼尼松龙	0.05	 紫色	 铜绿
	倍他米松	0.14	 紫色	 铜绿
	倍他米松戊酸酯	0.26	 紫色	 铜绿
	氟米龙	0.34	不显色	 橙色
	倍他米松醋酸酯	0.43	 紫色	 铜绿
	倍他米松双丙酸酯	0.57	 紫色	 铜绿
	哈西奈德	0.63	 驼色	 驼色
	氟替卡松丙酸酯	0.73	 紫色	 铜绿

表 5（续）

分组	标准物质	Rf	四氮唑蓝显色	茴香醛显色
第Ⅲ组	地夫可特	0.02	 紫色	 铜绿
	甲基泼尼松龙	0.06	 紫色	 铜绿
	地塞米松	0.14	 紫色	 豆绿
	布地奈德	0.27	 紫色	 铜绿
	甲基泼尼松龙醋酸酯	0.28	 紫色	 铜绿
	氢化可的松醋酸酯	0.29	 紫色	 绛紫
	地塞米松醋酸酯	0.43	 紫色	 豆绿
	安西奈德	0.44	 紫色	 黛紫
	莫米他松糠酸酯	0.56	 紫色	 铜绿
第Ⅳ组	氟米松	0.10	 紫色	 铜绿
	氟氢缩松	0.16	 紫色	 驼色
	泼尼松醋酸酯	0.21	 紫色	 豆绿
	曲安西龙双醋酸酯	0.25	 紫色	 豆绿
	氟米龙醋酸酯	0.31	不显色	 铜绿
	曲安奈德醋酸酯	0.44	 紫色	 藏青
	阿氯米松双丙酸酯	0.48	 紫色	 铜绿
	氯倍他索丙酸酯	0.63	 驼色	 铜绿
	氯倍他松丁酸酯	0.69	 紫色	 驼色
第Ⅴ组	曲安西龙	0.05	 紫色	 铜绿
	氢化可的松	0.10	 紫色	 黛紫
	可的松	0.19	 紫色	 绛紫
	倍氯米松	0.20	 紫色	 铜绿
	泼尼松龙醋酸酯	0.27	 紫色	 铜绿
	可的松醋酸酯	0.32	 紫色	 绛紫
	氟氢可的松醋酸酯	0.45	 紫色	 藏青
	倍氯米松双丙酸酯	0.62	 紫色	 铜绿

附 录 A
(资料性附录)

41 种糖皮质激素的英文名称、分子式、相对分子质量、CAS 登录号及化学结构图

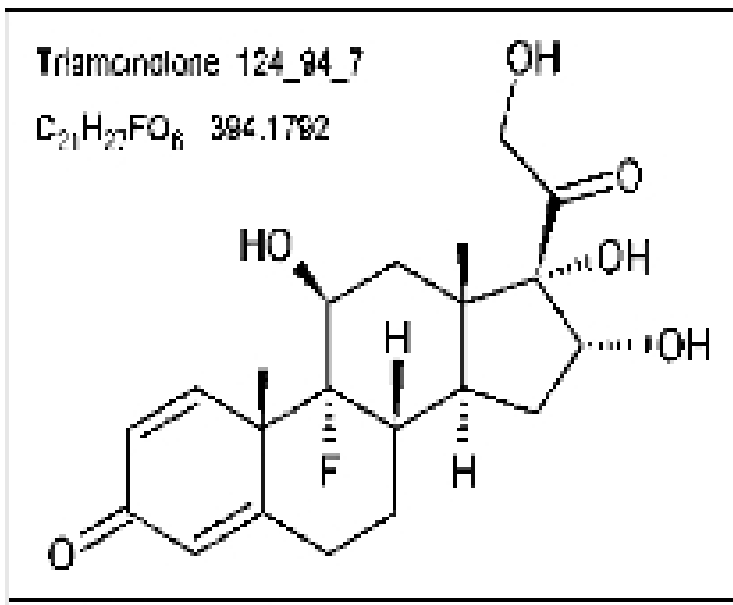
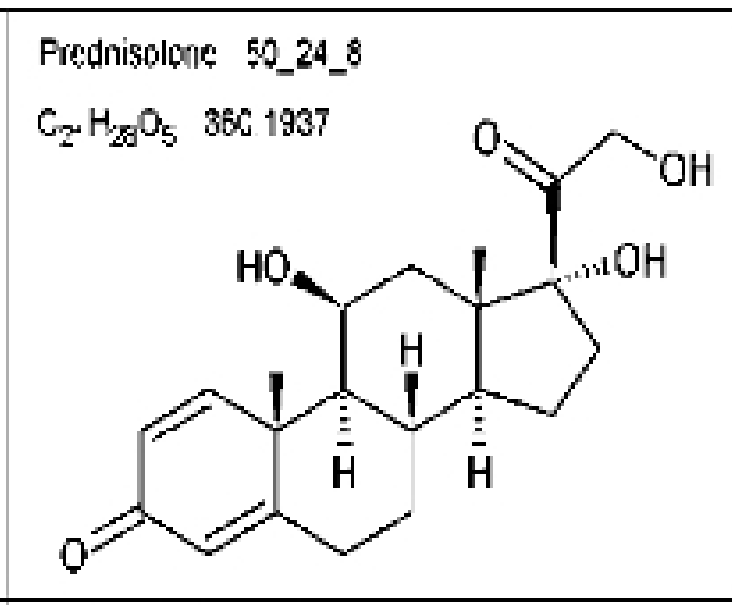
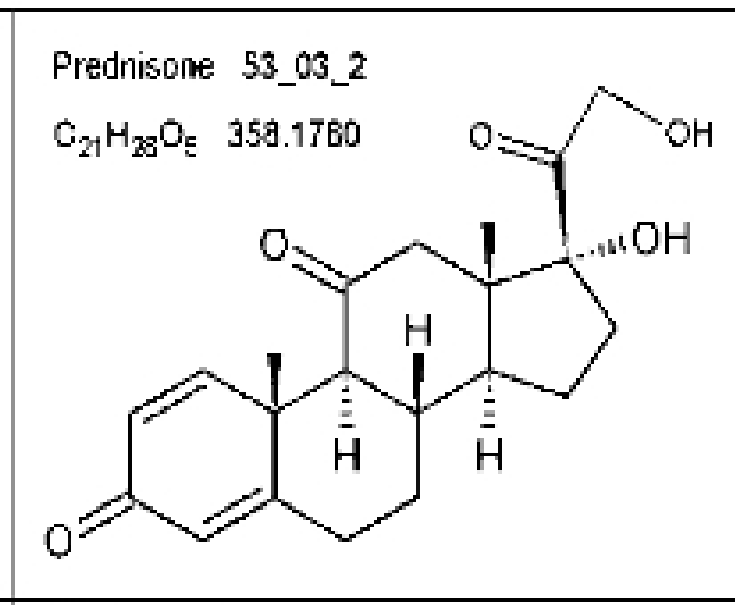
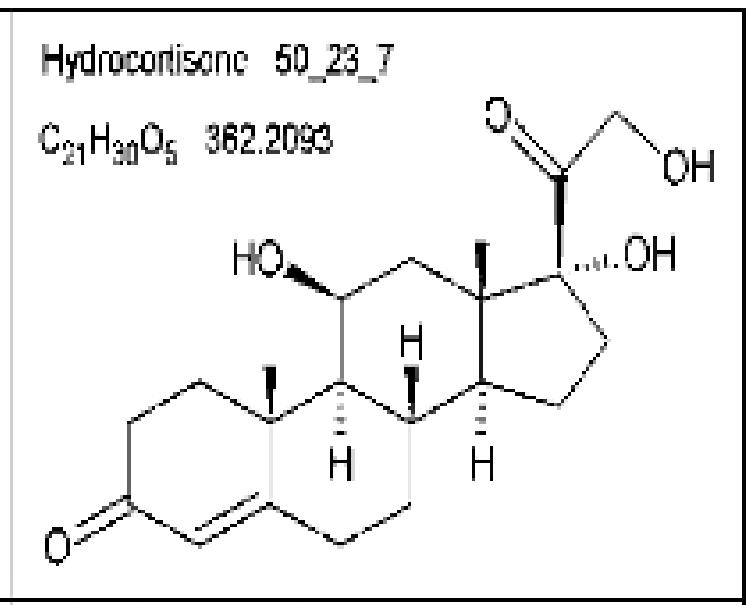
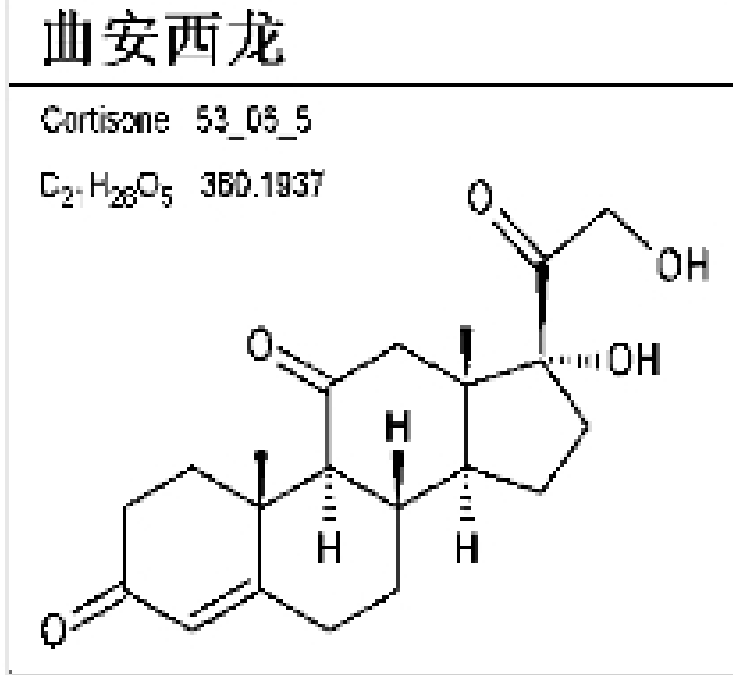
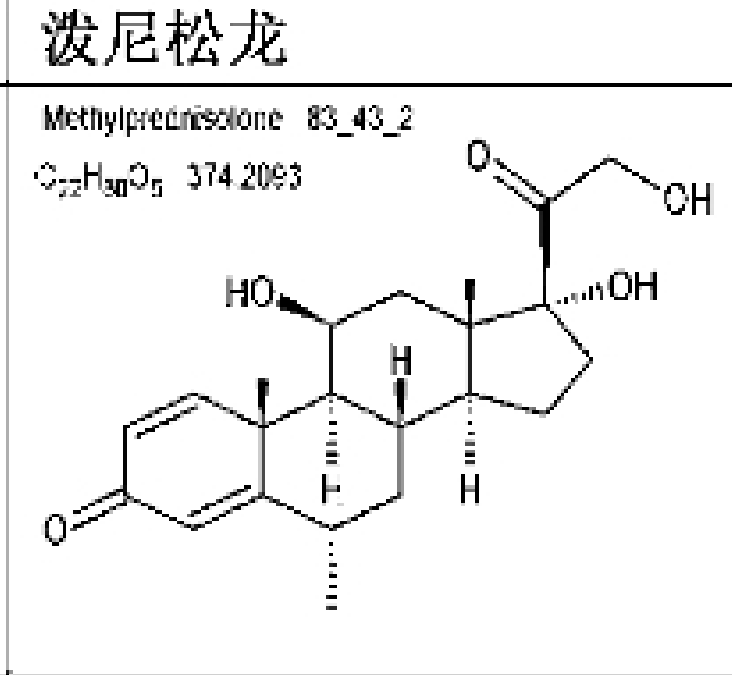
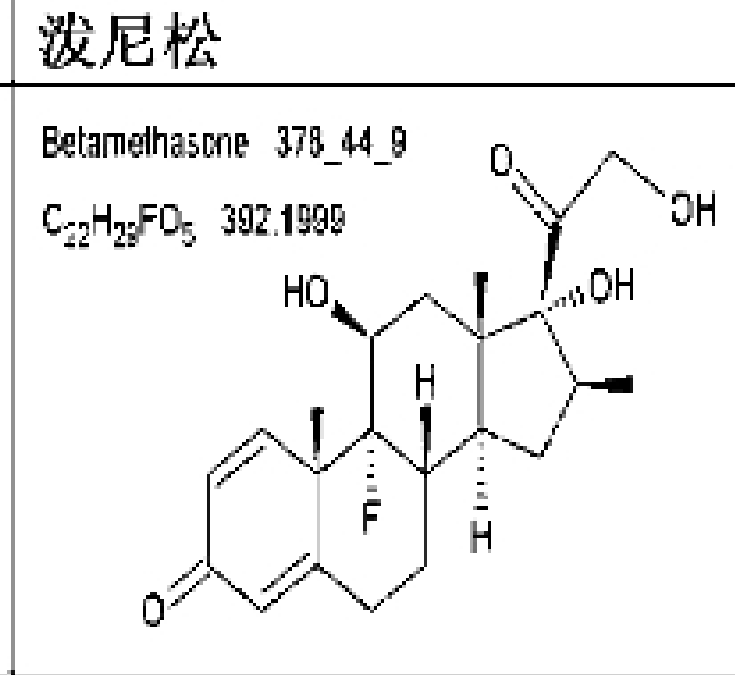
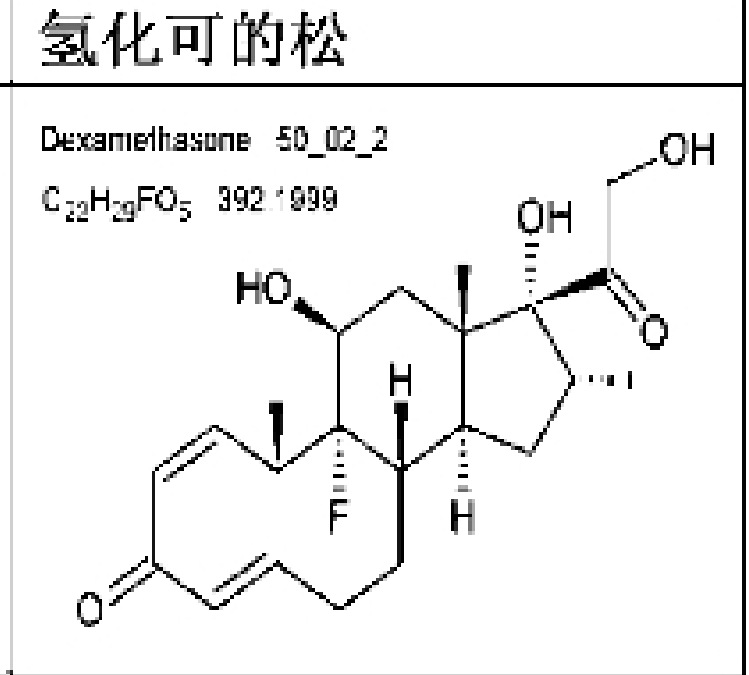
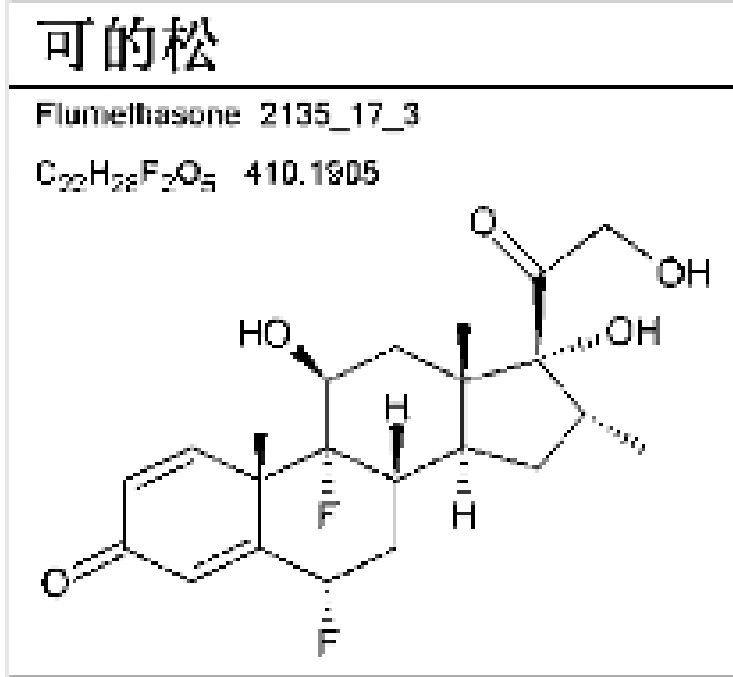
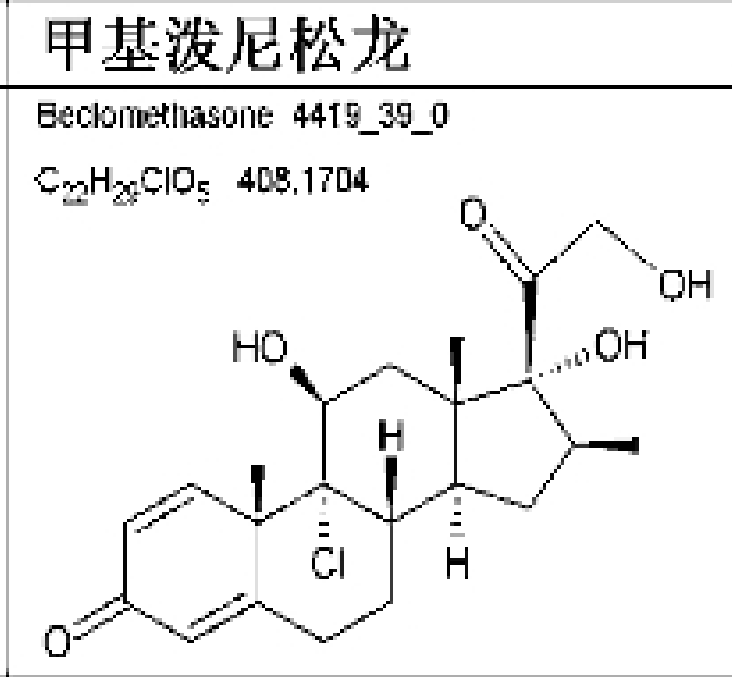
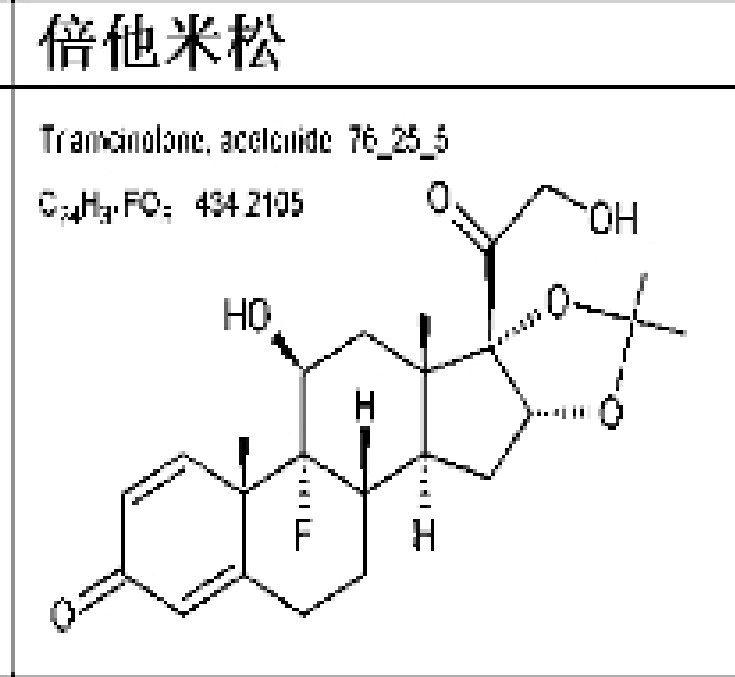
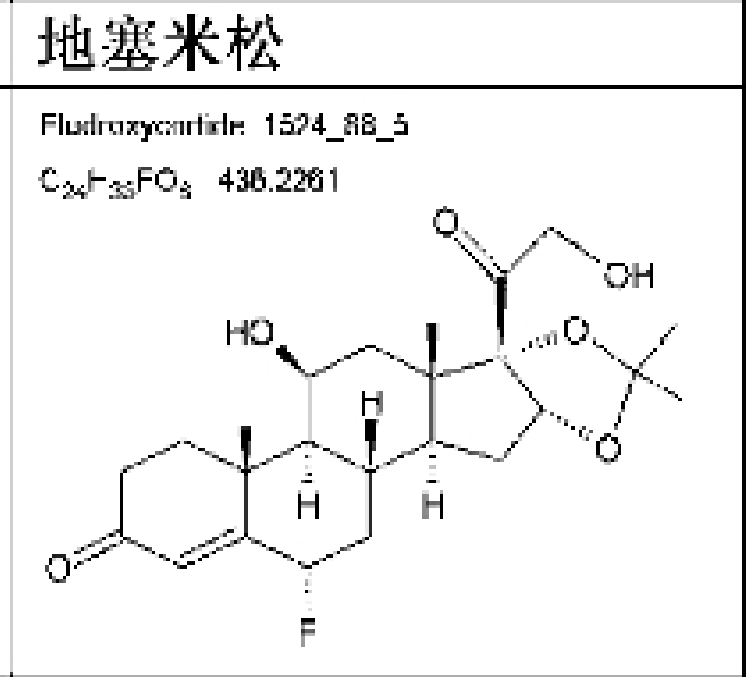
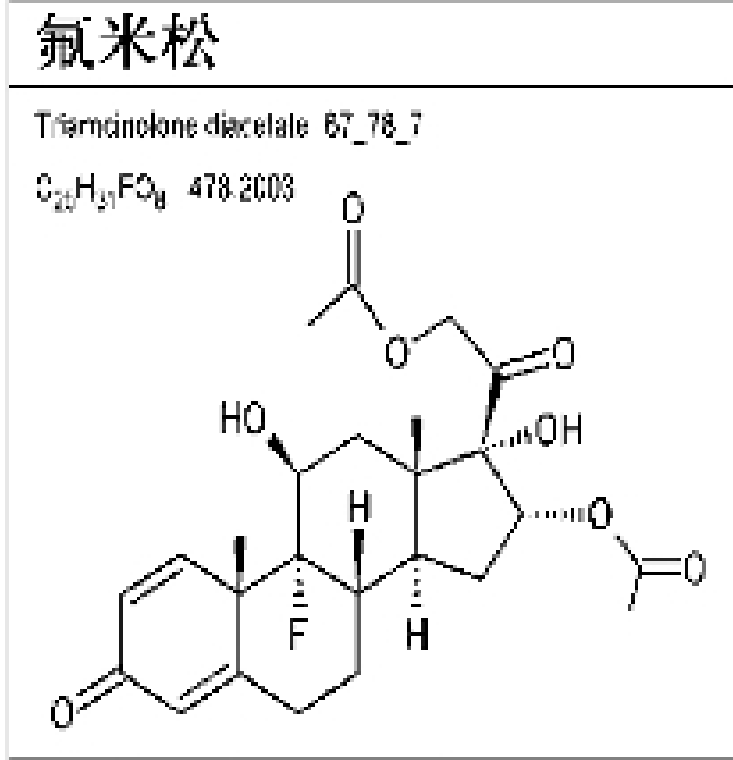
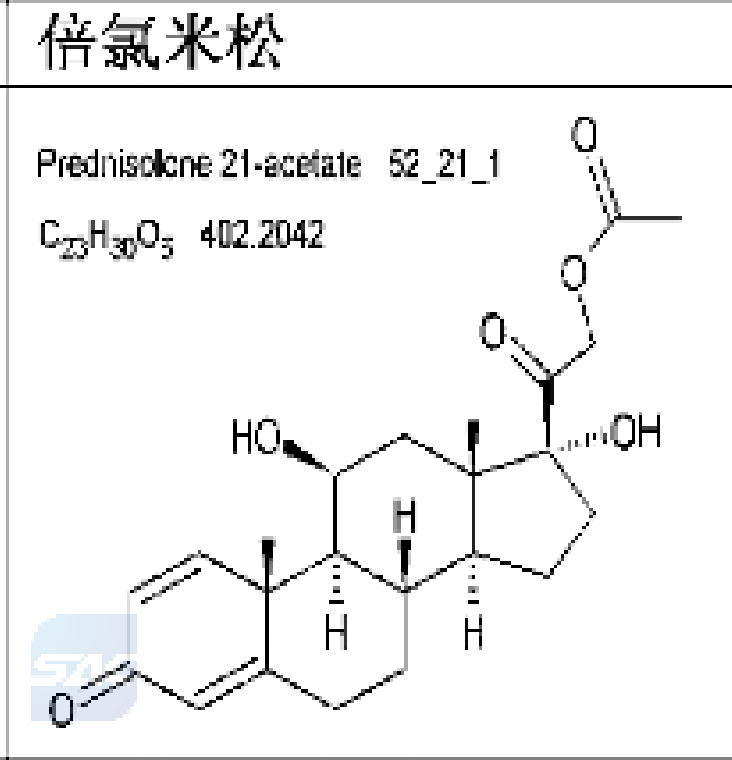
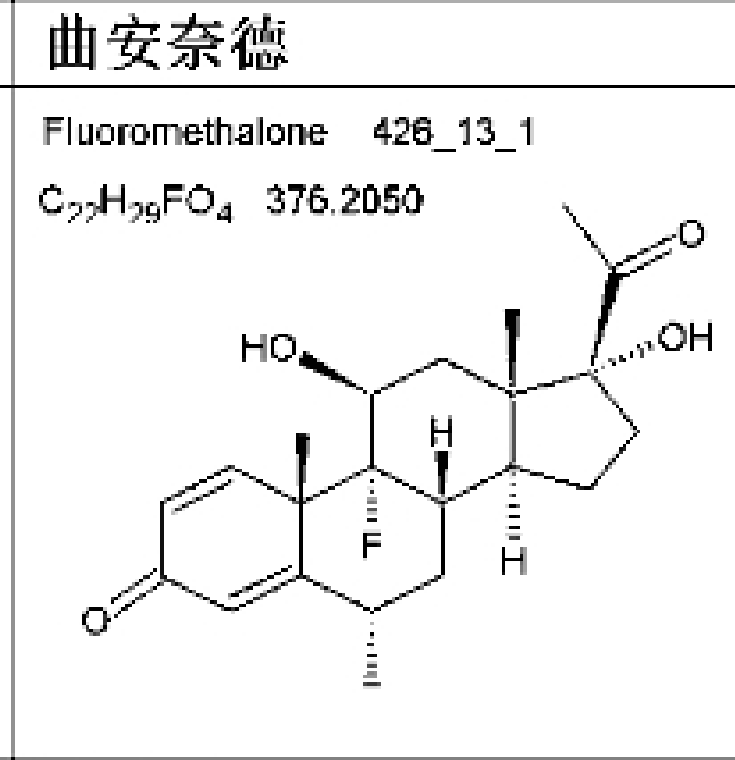
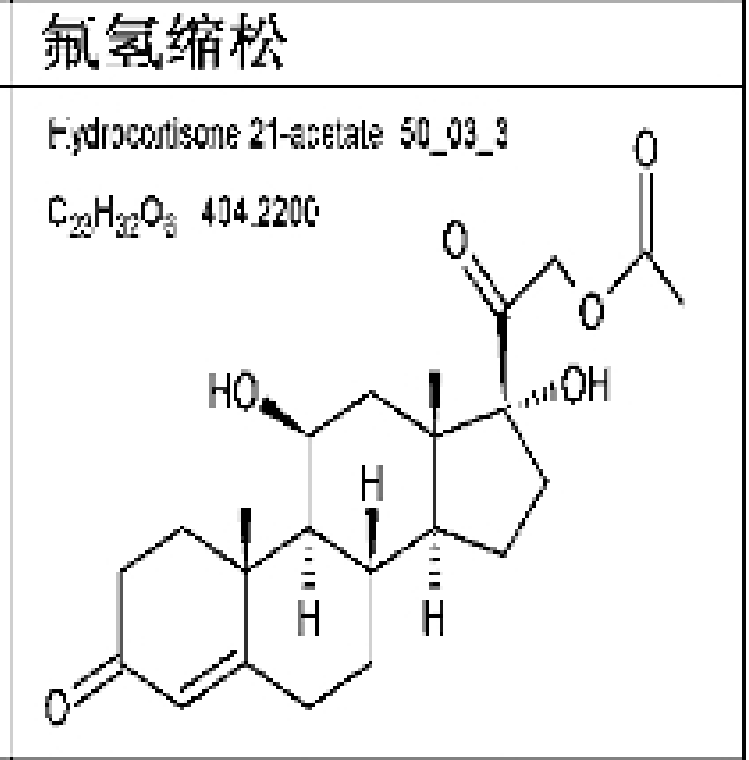
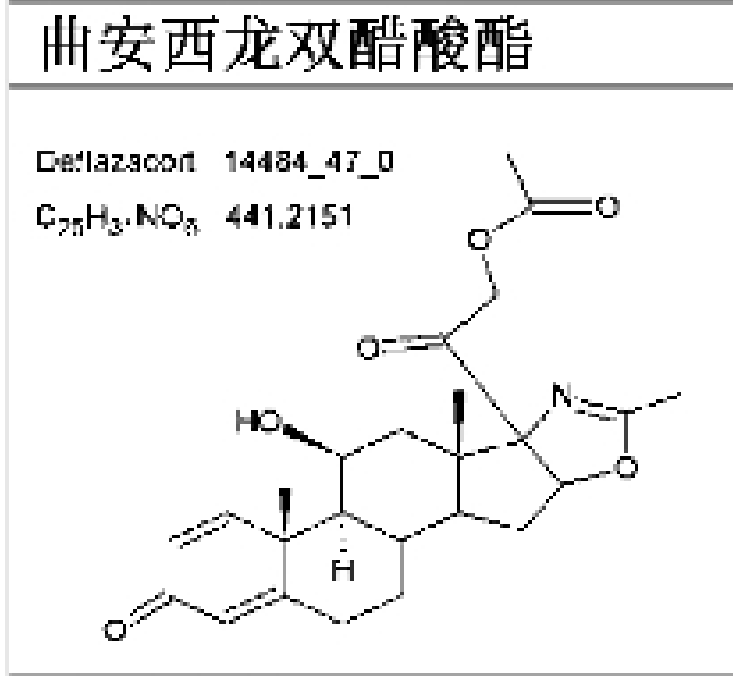
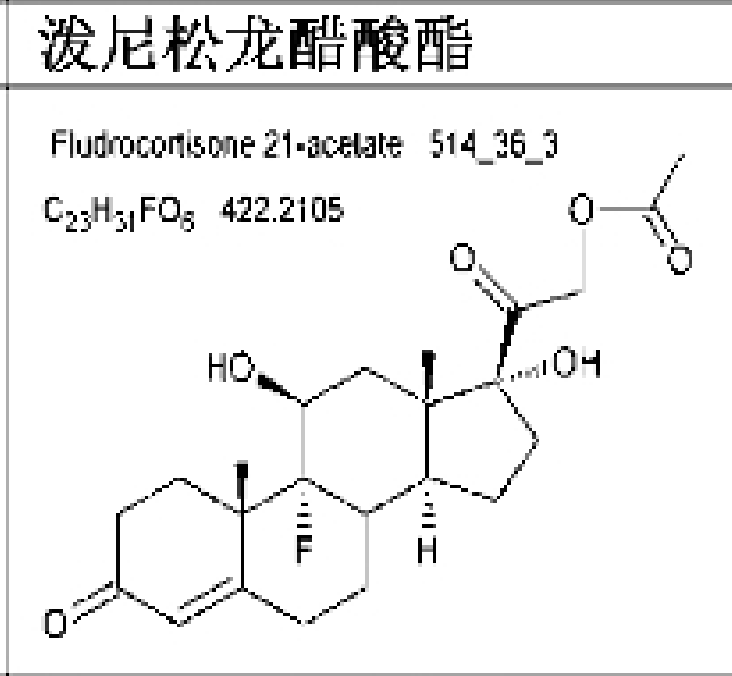
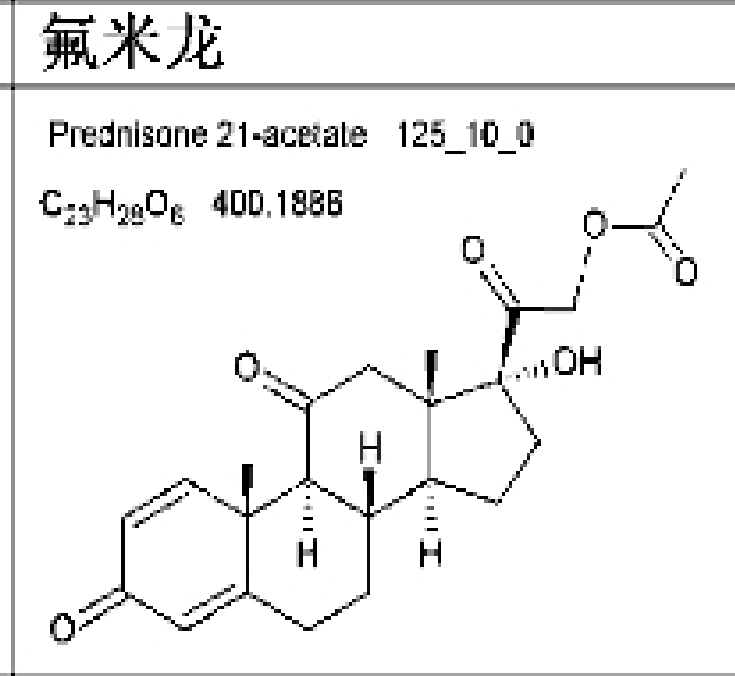
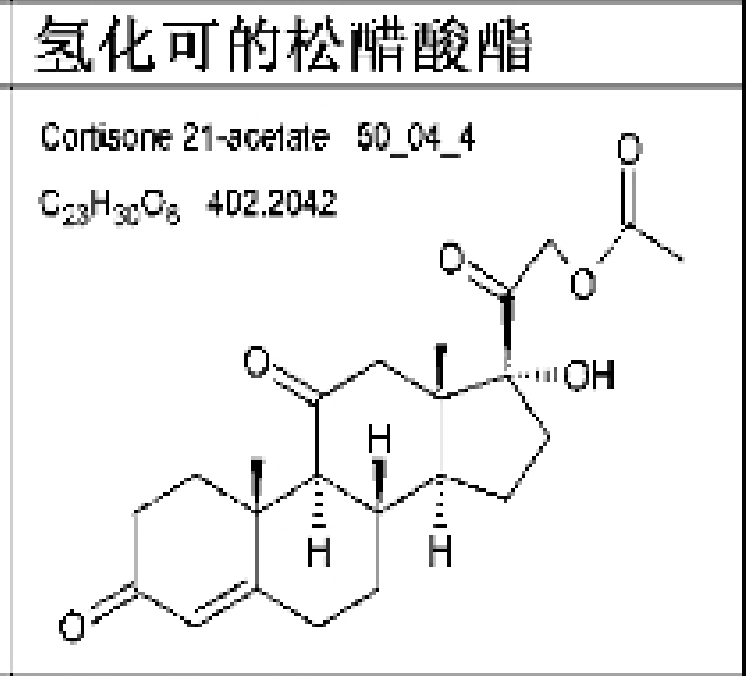
Triamcinolone 124_94_7 $C_{21}H_{27}FO_6$ 394.1762 	Prednisolone 50_24_8 $C_{21}H_{28}O_5$ 360.1937 	Prednisone 53_03_2 $C_{21}H_{28}O_5$ 358.1760 	Hydrocortisone 50_23_7 $C_{21}H_{30}O_5$ 362.2093 
曲安西龙	泼尼松龙	泼尼松	氢化可的松
Cortisone 53_05_5 $C_{21}H_{28}O_5$ 360.1937 	Methylprednisolone 83_43_2 $C_{22}H_{30}O_5$ 374.2093 	Betamethasone 378_44_9 $C_{22}H_{28}FO_5$ 392.1999 	Dexamethasone 50_02_2 $C_{22}H_{28}FO_5$ 392.1999 
可的松	甲基泼尼松龙	倍他米松	地塞米松
Flumethasone 2135_17_3 $C_{22}H_{28}F_2O_5$ 410.1905 	Beclomethasone 4419_39_0 $C_{22}H_{28}ClO_5$ 408.1704 	Triamcinolone, acetonide 76_25_5 $C_{24}H_{34}FO_6$ 434.2105 	Fludrocortiside 1574_88_5 $C_{24}H_{32}FO_6$ 436.2261 
氟米松	倍氯米松	曲安奈德	氟氢缩松
Triamcinolone diacetate 67_78_7 $C_{24}H_{34}FO_8$ 478.2003 	Prednisolone 21-acetate 52_21_1 $C_{23}H_{30}O_5$ 402.2042 	Fluoromethalone 426_13_1 $C_{22}H_{28}FO_4$ 376.2050 	Hydrocortisone 21-acetate 50_03_3 $C_{23}H_{32}O_6$ 404.2200 
曲安西龙双醋酸酯	泼尼松龙醋酸酯	氟米龙	氢化可的松醋酸酯
Deflazacort 14484_47_0 $C_{23}H_{34}NO_6$ 441.2151 	Fludrocortisone 21-acetate 514_36_3 $C_{23}H_{34}FO_6$ 422.2105 	Prednisone 21-acetate 125_10_0 $C_{23}H_{32}O_6$ 400.1886 	Cortisone 21-acetate 50_04_4 $C_{23}H_{32}O_6$ 402.2042 
地夫可特	氟氢可的松醋酸酯	泼尼松醋酸酯	可的松醋酸酯

图 A.1 41 种糖皮质激素的英文名称、分子式、相对分子质量、
CAS 登录号及化学结构图

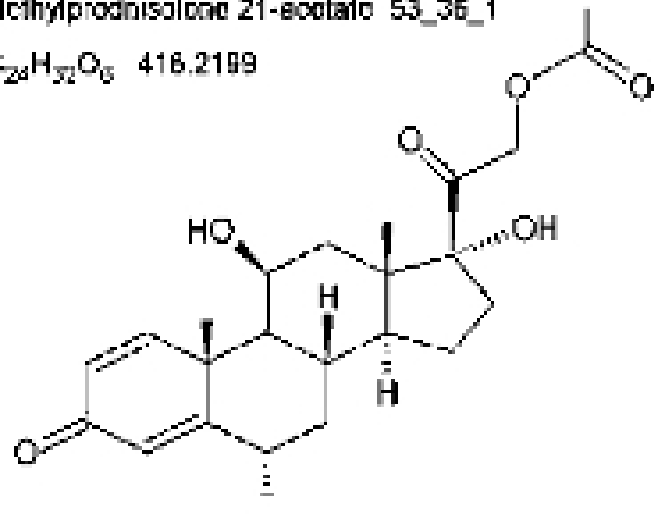
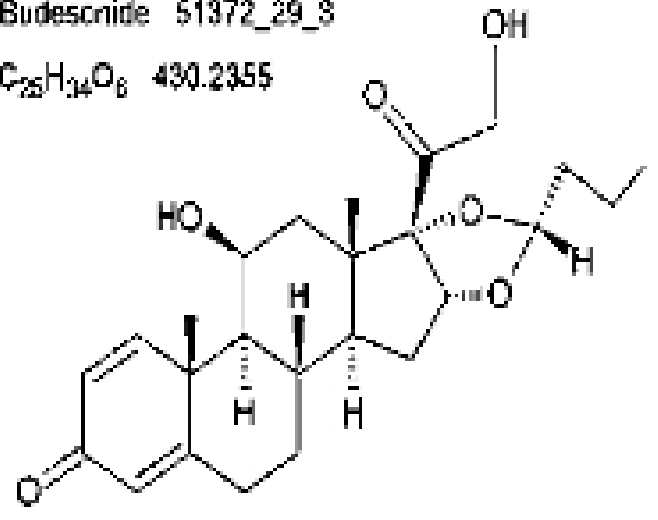
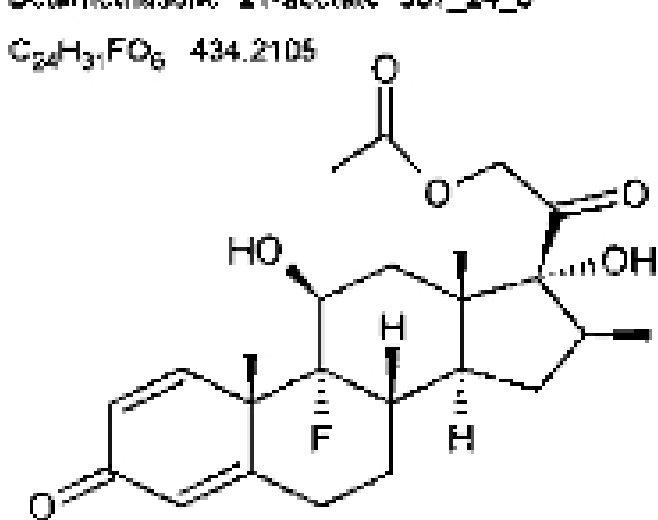
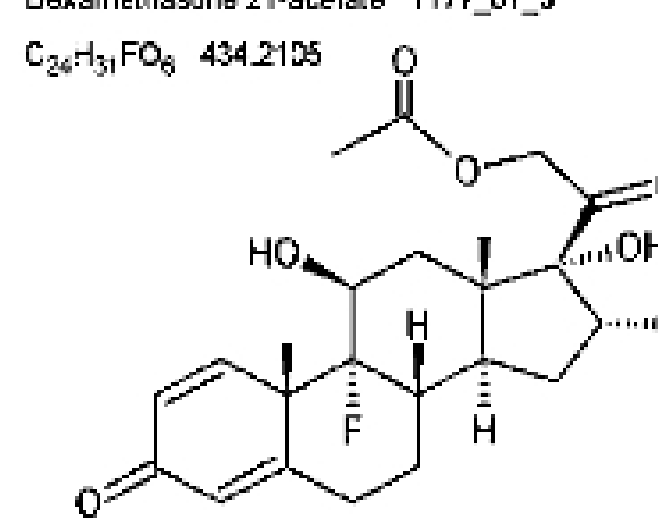
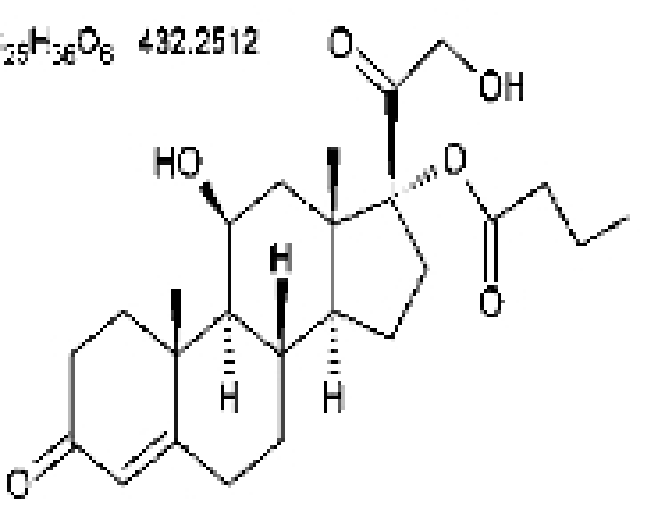
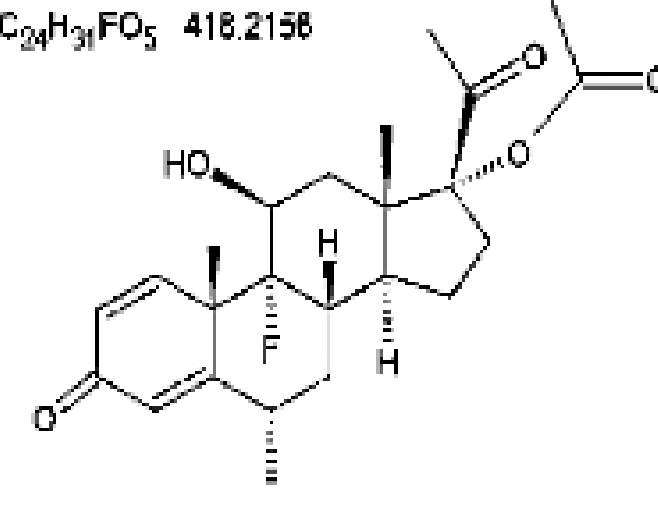
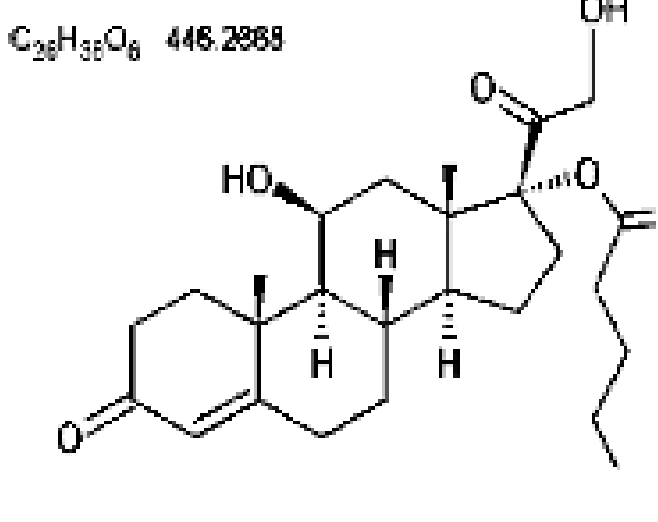
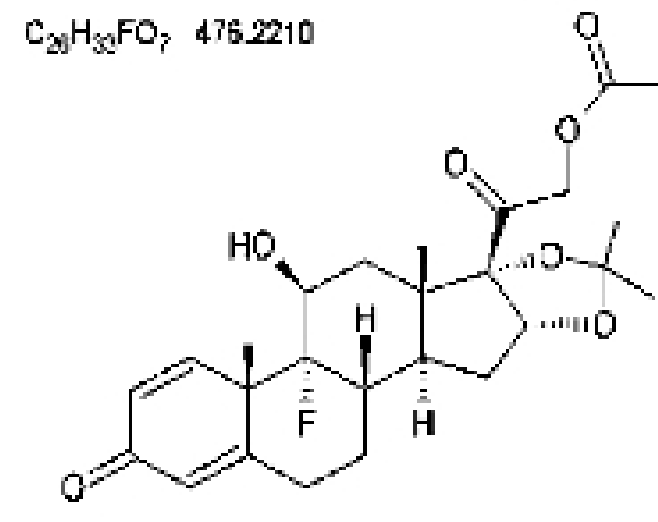
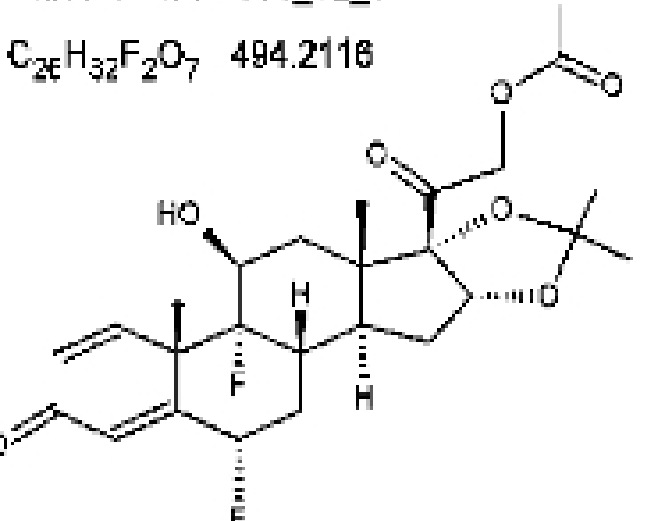
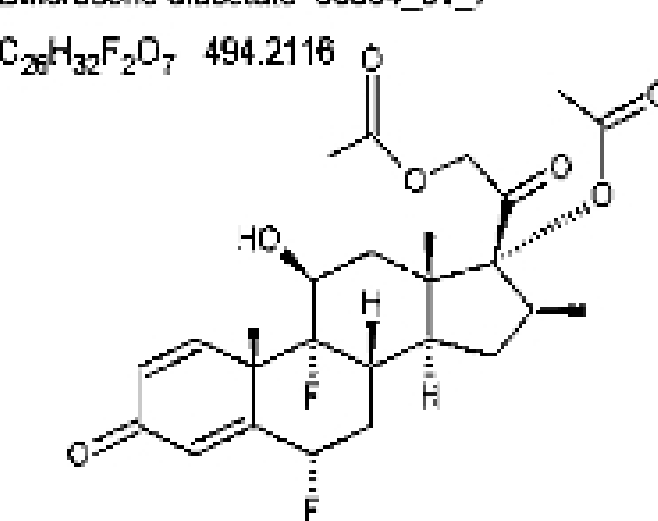
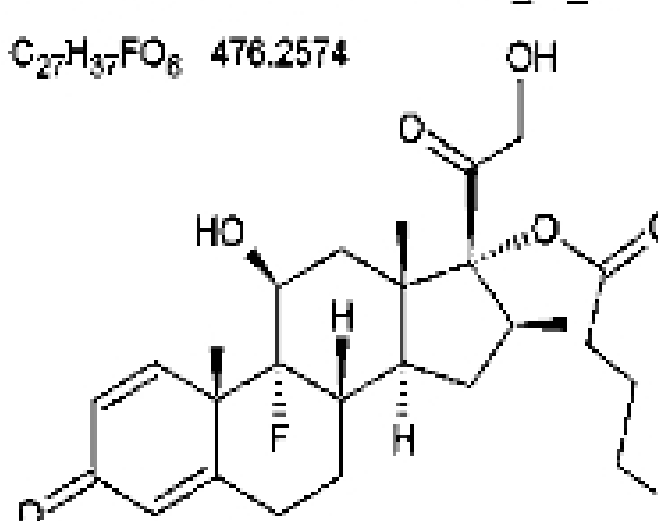
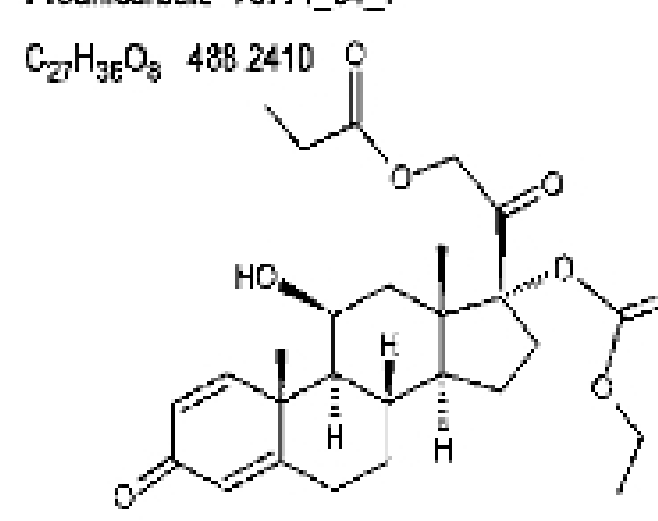
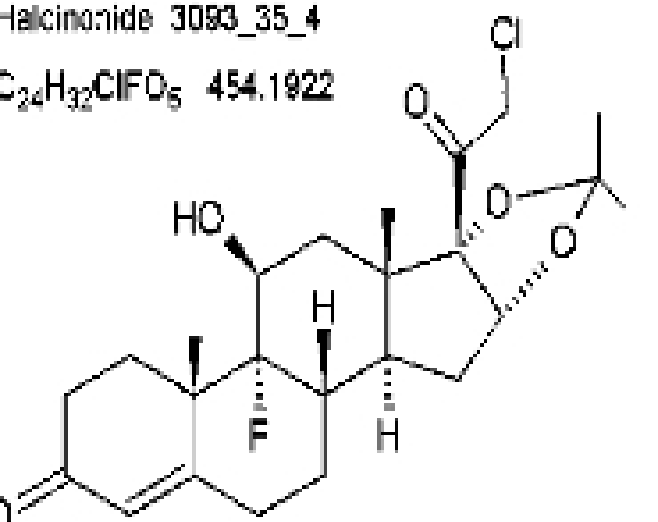
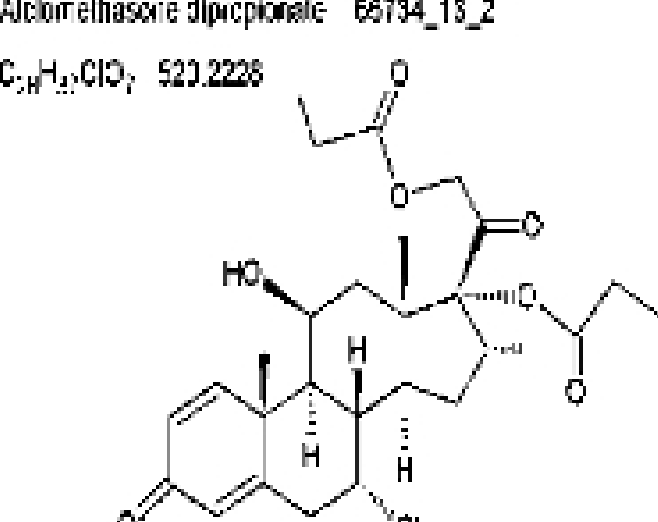
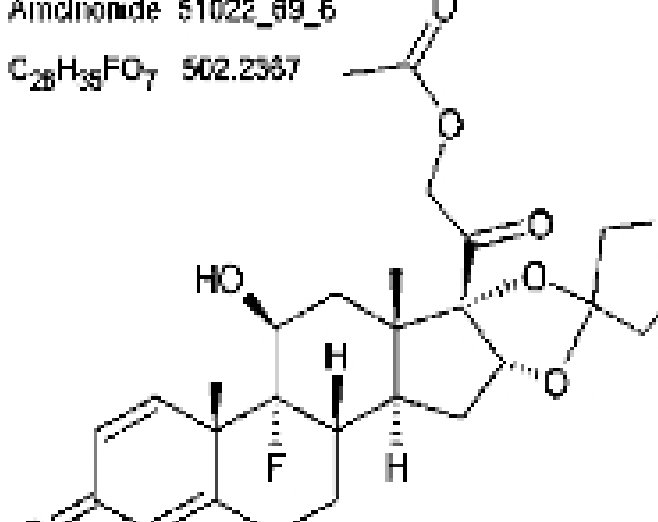
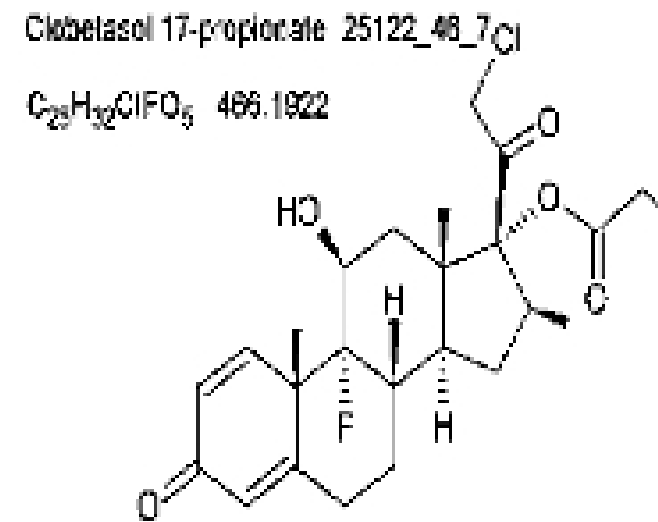
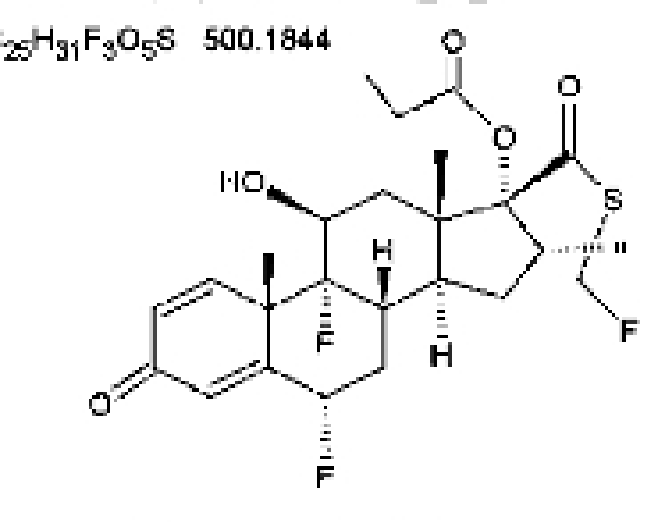
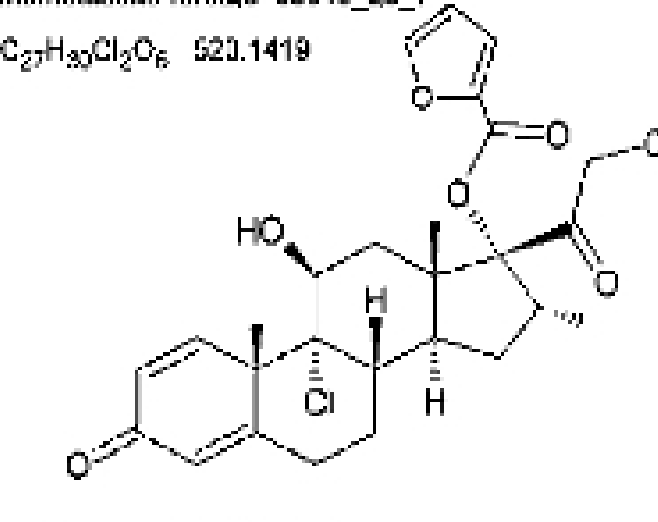
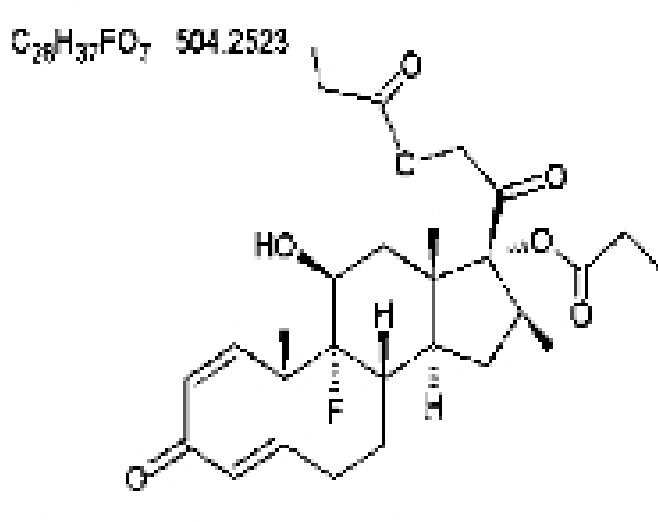
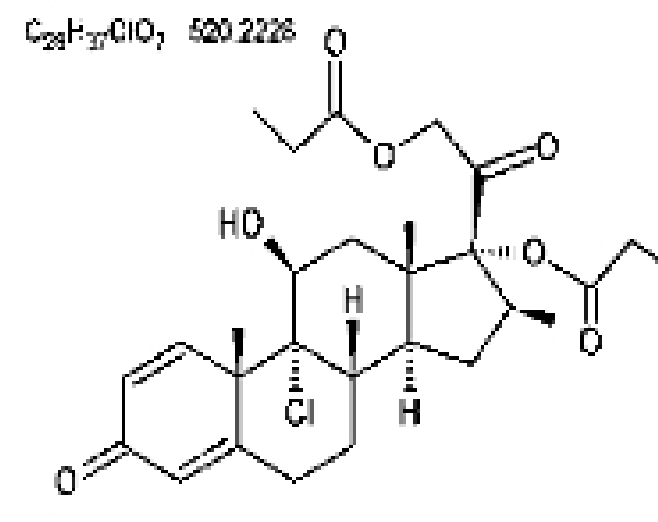
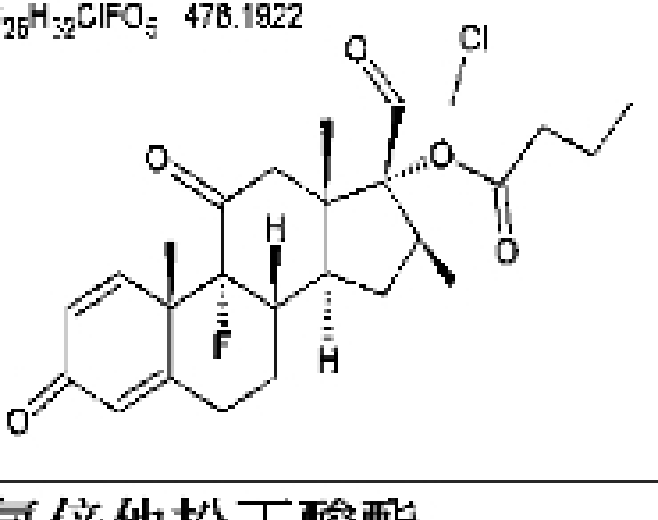
Methylprednisolone 21-acetate 53_36_1 $C_{26}H_{32}O_6$ 416.2189 	Budesonide 51372_29_3 $C_{25}H_{34}O_6$ 430.2355 	Betamethasone 21-acetate 987_24_6 $C_{26}H_{32}FO_6$ 434.2105 	Dexamethasone 21-acetate 1177_87_3 $C_{26}H_{32}FO_6$ 434.2105 
甲基泼尼松龙醋酸酯	布地奈德	倍他米松醋酸酯	地塞米松醋酸酯
Hydrocortisone 17-butyrate 13809_67_1 $C_{29}H_{38}O_6$ 432.2512 	Fluormetholone 17-acetate 3801_06_7 $C_{29}H_{34}FO_5$ 418.2158 	Hydrocortisone 17-valerate 57524_89_7 $C_{30}H_{38}O_6$ 446.2888 	Triamcinolone acetonide acetate 3870_07_3 $C_{30}H_{32}FO_7$ 476.2210 
氢化可的松丁酸酯	氟米龙醋酸酯	氢化可的松戊酸酯	曲安奈德醋酸酯
Fluocinonide 356_12_7 $C_{26}H_{32}F_2O_7$ 494.2116 	Diflurasone diacetate 33564_31_7 $C_{28}H_{32}F_2O_7$ 494.2116 	Betamethasone 17-valerate 2152_44_5 $C_{27}H_{37}FO_6$ 476.2574 	Prodnicarbale 73771_04_7 $C_{27}H_{36}O_8$ 488.2410 
氟轻松醋酸酯	二氟拉松双醋酸酯	倍他米松戊酸酯	泼尼卡酯
Halcinonide 3093_35_4 $C_{24}H_{32}ClFO_5$ 454.1922 	Alclomethasone dipropionate 66734_13_2 $C_{30}H_{42}ClO_7$ 520.2228 	Amcinonide 61022_89_5 $C_{28}H_{38}FO_7$ 502.2367 	Clobetasol 17-propionate 25122_46_7Cl $C_{28}H_{32}ClFO_5$ 466.1922 
哈西奈德	阿氯米松双丙酸酯	安西奈德	氯倍他索丙酸酯
Fluticasone propionate 80474_14_2 $C_{25}H_{31}F_3O_5S$ 500.1844 	Mometasone furate 83919_23_7 $C_{27}H_{33}Cl_2O_6$ 520.1419 	Beta-methasone dipropionate 5593_20_4 $C_{28}H_{37}FO_7$ 504.2523 	Beclomethasone dipropionate 5534_05_8 $C_{28}H_{37}ClO_7$ 520.2228 
氟替卡松丙酸酯	莫米他松糠酸酯	倍他米松双丙酸酯	倍氯米松双丙酸酯
Clobetasone 17-butyrate 25122_57_0 $C_{28}H_{32}ClFO_5$ 478.1822 			
氯倍他松丁酸酯			

图 A.1 (续)

附录 B
(资料性附录)

41 种糖皮质激素标准物质提取离子(定量)质谱图

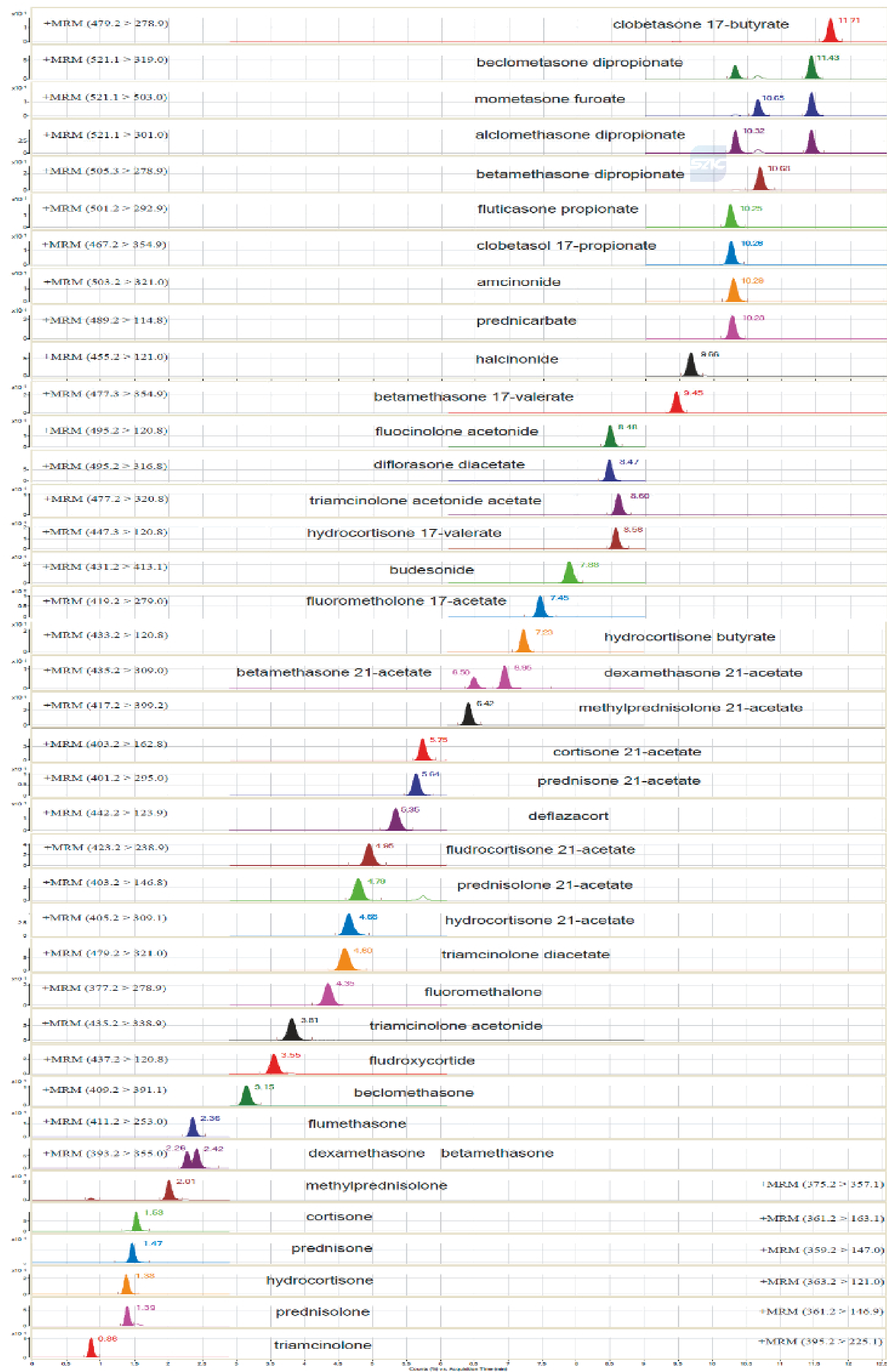


图 B.1 41 种糖皮质激素标准物质提取离子(定量)质谱图

附 录 C
(资料性附录)

膏霜类、精油类化妆品中糖皮质激素测定的重复性和再现性标准差

表 C.1 膏霜类、精油类化妆品中糖皮质激素含量重复性和再现性标准差

编号	名 称	含量范围/ ($\mu\text{g/g}$)	膏霜类		精油类	
			重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)	重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)
1	曲安西龙	0.5~5.0	$S_r=0.034\ 5m$ +0.099 7	$S_R=0.195\ 2m$ -0.057 0	$S_r=0.056\ 1m$ +0.004 0	$S_R=0.056\ 1m$ +0.004 0
2	氢化可的松	0.5~5.0	$S_r=0.112\ 3m$ -0.049 7	$S_R=0.233\ 8m$ -0.116 7	$S_r=0.023\ 6m$ +0.006 1	$S_R=0.056\ 7m$ -0.005 7
3	泼尼松龙	0.5~5.0	$S_r=0.136\ 0m$ -0.076 8	$S_R=0.275\ 0m$ -0.153 8	$S_r=0.057\ 7m$ -0.002 2	$S_R=0.110\ 3m$ -0.014 5
4	泼尼松	0.5~5.0	$S_r=0.115\ 7m$ -0.025 4	$S_R=0.250\ 5m$ +0.017 9	$S_r=0.032\ 1m$ +0.000 3	$S_R=0.057\ 3m$ +0.000 2
5	可的松	0.5~5.0	$S_r=0.047\ 6m$ -0.001 5	$S_R=0.230\ 7m$ -0.079 3	$S_r=0.020\ 5m$ +0.010 3	$S_R=0.032\ 7m$ +0.015 8
6	甲基泼尼松龙	0.5~5.0	$S_r=0.125\ 6m$ -0.080 6	$S_R=0.197\ 0m$ -0.088 7	$S_r=0.025\ 7m$ +0.012 5	$S_R=0.018\ 7m$ +0.009 9
7	倍他米松	0.5~5.0	$S_r=0.021\ 7m$ +0.020 0	$S_R=0.047\ 9m$ +0.031 4	$S_r=0.034\ 1m$ +0.005 6	$S_R=0.035\ 8m$ +0.006 6
8	地塞米松	0.5~5.0	$S_r=0.021\ 7m$ +0.020 0	$S_R=0.047\ 9m$ +0.031 4	$S_r=0.043\ 2m$ -0.001 2	$S_R=0.052\ 4m$ +0.001 1
9	氟米松	0.5~5.0	$S_r=0.044\ 5m$ +0.011 0	$S_R=0.176\ 3m$ -0.037 1	$S_r=0.043\ 2m$ -0.001 2	$S_R=0.052\ 4m$ +0.001 1
10	倍氯米松	0.5~5.0	$S_r=0.087\ 2m$ -0.061 0	$S_R=0.094\ 1m$ +0.023 1	$S_r=0.033\ 2m$ +0.006 1	$S_R=0.072\ 8m$ -0.003 2
11	氟氢缩松	0.5~5.0	$S_r=0.047\ 2m$ +0.036 1	$S_R=0.137\ 5m$ -0.010 9	$S_r=0.027\ 9m$ +0.004 4	$S_R=0.043\ 6m$ +0.001 6
12	倍他米松醋酸酯	0.5~5.0	$S_r=0.029\ 2m$ +0.023 9	$S_R=0.091\ 0m$ -0.001 5	$S_r=0.047\ 4m$ -0.003 6	$S_R=0.061\ 4m$ -0.003 1
13	地塞米松醋酸酯	0.5~5.0	$S_r=0.029\ 2m$ +0.023 9	$S_R=0.091\ 0m$ -0.001 5	$S_r=0.047\ 5m$ -0.003 4	$S_R=0.060\ 4m$ -0.003 5
14	曲安奈德	0.5~5.0	$S_r=0.057\ 2m$ +0.040 9	$S_R=0.099\ 5m$ +0.017 9	$S_r=0.021\ 5m$ +0.005 3	$S_R=0.051\ 4m$ -0.003 8
15	氟米龙	0.5~5.0	$S_r=0.069\ 5m$ -0.006 7	$S_R=0.169\ 6m$ -0.025 0	$S_r=0.015\ 9m$ +0.004 5	$S_R=0.031\ 2m$ +0.001 5
16	曲安西龙双醋酸酯	0.5~5.0	$S_r=0.090\ 0m$ -0.006 7	$S_R=0.146\ 4m$ +0.005 7	$S_r=0.027\ 4m$ +0.004 3	$S_R=0.060\ 1m$ +0.009 2
17	氢化可的松醋酸酯	0.5~5.0	$S_r=0.042\ 5m$ +0.038 4	$S_R=0.245\ 3m$ -0.015 5	$S_r=0.048\ 0m$ +0.002 2	$S_R=0.076\ 4m$ -0.008 1

表 C.1 (续)

编号	名 称	含量范围/ (μg/g)	膏霜类		精油类	
			重复性标准差(S _r)	再现性标准差(S _R)	重复性标准差(S _r)	再现性标准差(S _R)
18	泼尼松龙醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.030 3 <i>m</i> +0.059 6	S _R =0.223 4 <i>m</i> -0.045 0	S _r =0.025 7 <i>m</i> +0.005 1	S _R =0.048 7 <i>m</i> -0.005 4
19	氟氢可的松醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.046 5 <i>m</i> +0.055 8	S _R =0.215 8 <i>m</i> -0.028 2	S _r =0.037 9 <i>m</i> +0.000 9	S _R =0.053 2 <i>m</i> -0.002 8
20	地夫可特	0.5~5.0	S _r =0.056 4 <i>m</i> +0.003 9	S _R =0.159 2 <i>m</i> -0.034 1	S _r =0.037 8 <i>m</i> -0.001 2	S _R =0.040 4 <i>m</i> +0.001 6
21	泼尼松醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.081 8 <i>m</i> -0.028 2	S _R =0.243 8 <i>m</i> -0.115 2	S _r =0.035 0 <i>m</i> +0.000 8	S _R =0.052 7 <i>m</i> -0.001 8
22	可的松醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.021 9 <i>m</i> +0.046 1	S _R =0.151 7 <i>m</i> -0.019 3	S _r =0.018 9 <i>m</i> -0.000 1	S _R =0.024 0 <i>m</i> -0.000 2
23	甲基泼尼松龙醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.055 7 <i>m</i> +0.009 0	S _R =0.140 2 <i>m</i> +0.0354	S _r =0.030 1 <i>m</i> +0.005 4	S _R =0.049 0 <i>m</i> +0.000 4
24	氢化可的松丁酸酯	0.5~5.0	S _r =0.026 2 <i>m</i> +0.046 3	S _R =0.129 2 <i>m</i> -0.029 4	S _r =0.034 6 <i>m</i> -0.004 1	S _R =0.045 7 <i>m</i> -0.003 5
25	氟米龙醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.025 1 <i>m</i> +0.066 7	S _R =0.099 6 <i>m</i> +0.003 2	S _r =0.035 7 <i>m</i> -0.005 2	S _R =0.055 6 <i>m</i> -0.004 2
26	布地奈德	0.5~5.0	S _r =0.026 7 <i>m</i> +0.060 4	S _R =0.105 6 <i>m</i> +0.022 2	S _r =0.035 6 <i>m</i> +0.000 4	S _R =0.051 6 <i>m</i> +0.001 2
27	二氟拉松双醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.031 3 <i>m</i> +0.033 9	S _R =0.146 4 <i>m</i> -0.012 8	S _r =0.035 3 <i>m</i> +0.002 7	S _R =0.056 6 <i>m</i> -0.000 1
28	氟轻松醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.020 8 <i>m</i> +0.054 6	S _R =0.104 4 <i>m</i> +0.014 8	S _r =0.038 8 <i>m</i> +0.000 6	S _R =0.049 5 <i>m</i> -0.003 1
29	氢化可的松戊酸酯	0.5~5.0	S _r =0.026 7 <i>m</i> +0.068 2	S _R =0.053 7 <i>m</i> +0.071 4	S _r =0.043 4 <i>m</i> -0.008 2	S _R =0.062 6 <i>m</i> -0.004 0
30	曲安奈德醋酸酯	0.5~5.0	S _r =0.021 2 <i>m</i> +0.051 0	S _R =0.082 8 <i>m</i> +0.009 6	S _r =0.034 5 <i>m</i> -0.000 2	S _R =0.062 4 <i>m</i> -0.000 6
31	倍他米松戊酸酯	0.5~5.0	S _r =0.056 4 <i>m</i> +0.005 3	S _R =0.074 4 <i>m</i> +0.028 5	S _r =0.020 1 <i>m</i> +0.000 9	S _R =0.041 7 <i>m</i> -0.005 2
32	哈西奈德	0.5~5.0	S _r =0.013 5 <i>m</i> +0.068 9	S _R =0.119 0 <i>m</i> +0.023 3	S _r =0.036 9 <i>m</i> -0.000 7	S _R =0.049 2 <i>m</i> +0.002 3
33	氯倍他索丙酸酯	0.5~5.0	S _r =0.025 3 <i>m</i> +0.071 8	S _R =0.099 6 <i>m</i> +0.010 2	S _r =0.020 4 <i>m</i> +0.004 1	S _R =0.035 6 <i>m</i> -0.000 6
34	泼尼卡酯	0.5~5.0	S _r =0.089 0 <i>m</i> -0.035 1	S _R =0.087 0 <i>m</i> +0.019 5	S _r =0.025 4 <i>m</i> +0.000 8	S _R =0.050 9 <i>m</i> -0.010 2
35	安西奈德	0.5~5.0	S _r =0.088 7 <i>m</i> -0.043 4	S _R =0.093 1 <i>m</i> +0.027 4	S _r =0.035 1 <i>m</i> +0.001 9	S _R =0.052 7 <i>m</i> -0.002 1
36	氟替卡松丙酸酯	0.5~5.0	S _r =0.024 3 <i>m</i> +0.035 5	S _R =0.089 6 <i>m</i> +0.011 1	S _r =0.030 5 <i>m</i> +0.005 0	S _R =0.050 7 <i>m</i> -0.001 7

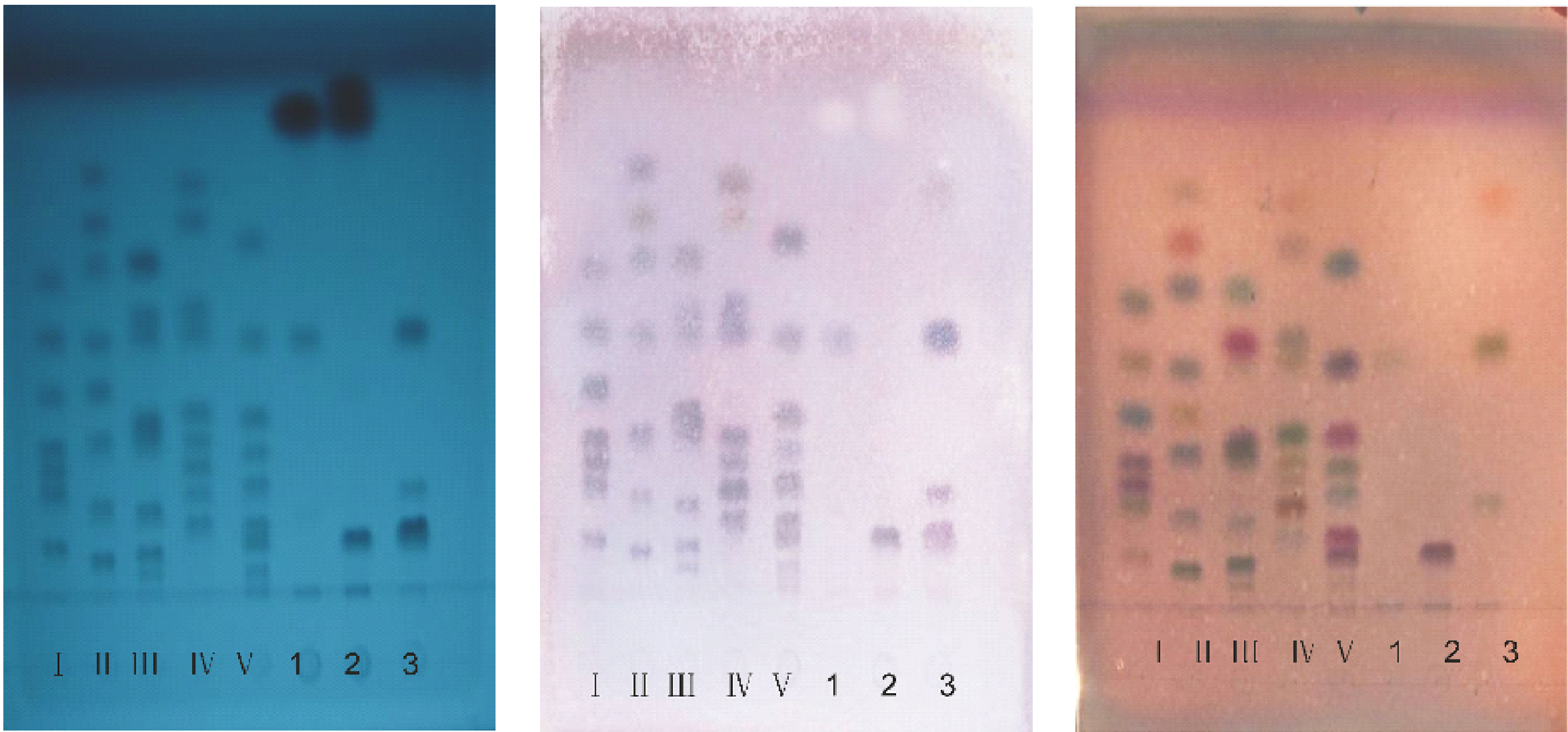
表 C.1 (续)

编号	名 称	含量范围/ (μg/g)	膏霜类		精油类	
			重复性标准差(<i>S_r</i>)	再现性标准差(<i>S_R</i>)	重复性标准差(<i>S_r</i>)	再现性标准差(<i>S_R</i>)
37	阿氯米松双丙酸酯	0.5~5.0	<i>S_r</i> =0.023 6 <i>m</i> +0.043 2	<i>S_R</i> =0.087 7 <i>m</i> +0.001 0	<i>S_r</i> =0.028 9 <i>m</i> +0.004 6	<i>S_R</i> =0.049 3 <i>m</i> -0.002 3
38	倍他米松双丙酸酯	0.5~5.0	<i>S_r</i> =0.029 7 <i>m</i> +0.032 5	<i>S_R</i> =0.071 4 <i>m</i> +0.020 7	<i>S_r</i> =0.031 2 <i>m</i> +0.000 2	<i>S_R</i> =0.062 1 <i>m</i> -0.006 2
39	倍氯米松双丙酸酯	0.5~5.0	<i>S_r</i> =0.026 4 <i>m</i> +0.025 6	<i>S_R</i> =0.093 0 <i>m</i> -0.003 5	<i>S_r</i> =0.032 0 <i>m</i> +0.001 4	<i>S_R</i> =0.041 2 <i>m</i> -0.000 6
40	莫米他松糠酸酯	0.5~5.0	<i>S_r</i> =0.018 5 <i>m</i> +0.037 6	<i>S_R</i> =0.084 8 <i>m</i> +0.004 5	<i>S_r</i> =0.032 1 <i>m</i> +0.001 5	<i>S_R</i> =0.041 3 <i>m</i> -0.000 8
41	氯倍他松丁酸酯	0.5~5.0	<i>S_r</i> =0.050 5 <i>m</i> +0.011 2	<i>S_R</i> =0.098 7 <i>m</i> +0.007 8	<i>S_r</i> =0.026 9 <i>m</i> -0.004 2	<i>S_R</i> =0.039 1 <i>m</i> -0.004 3
注： <i>m</i> 为两次测定结果的算术平均值。						



附录 D
(资料性附录)

41 种糖皮质激素标准物质(5 组)及实测样品的薄层色谱图



a) 紫外灯下的薄层层析板 b) 四氮唑蓝显色的薄层层析板 c) 茴香醛显色的薄层层析板
注 1：I、II、III、IV、V 为糖皮质激素标准物质。
注 2：1、2、3 为实测样品。

图 D.1 41 种糖皮质激素标准物质(5 组)及实测样品的薄层色谱图