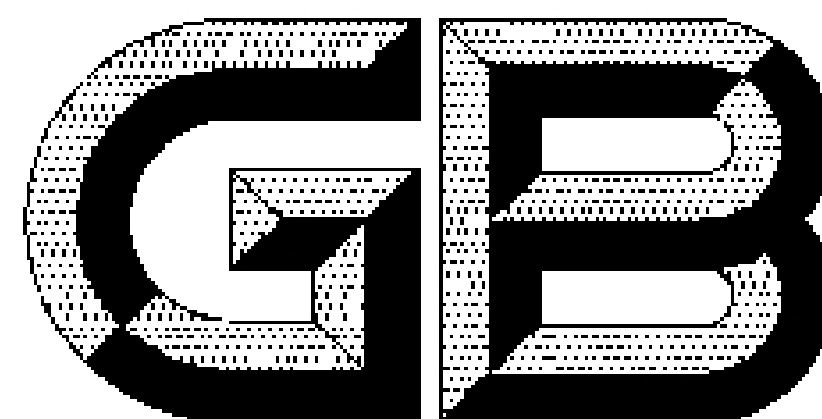




中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.5—2009

化妆品中呋喃妥因和呋喃唑酮的测定 高效液相色谱法

Determination of nitrofurantoin and furazolidone in cosmetics by
high performance liquid chromatography 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 发布
中国国家标准化管理委员会

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：张庆、肖海清、武婷、席广成、王超、王星、崔俭杰、康薇。



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。



化妆品中呋喃妥因和呋喃唑酮的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中呋喃妥因和呋喃唑酮的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于化妆品中呋喃妥因和呋喃唑酮的测定。
本标准对于呋喃妥因和呋喃唑酮的检出限为 2 mg/kg,定量限为 8 mg/kg。

2 原理

以乙腈-甲醇(1+1,v/v)混和溶液为提取溶剂,超声提取、离心,经 0.45 μm 的有机滤膜过滤,溶液注入配有二极管阵列检测器的液相色谱仪检测,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯。

- 3.1 乙腈:色谱纯。
- 3.2 甲醇:色谱纯。
- 3.3 呋喃妥因:纯度不小于 99%。
- 3.4 呋喃唑酮:纯度不小于 99%。
- 3.5 冰醋酸。
- 3.6 提取剂:乙腈(3.1):甲醇(3.2)体积比(1+1,v/v)。
- 3.7 0.4%乙酸溶液:移取 2 mL 冰醋酸(3.5),加水溶解后转移至 500 mL 容量瓶中,定容。
- 3.8 流动相:乙腈(3.1):0.4%乙酸溶液(3.7) 体积比(30+70,v/v)。
- 3.9 标准储备液(200 $\mu\text{g/mL}$):分别准确称取呋喃妥因(3.3)和呋喃唑酮(3.4) 0.02 g,精确到 0.000 1 g,于 50 mL 烧杯中,加适量乙腈溶解后移入 100 mL 棕色容量瓶中,用乙腈定容,在 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光、密封保存,可保存三个月以上。
- 3.10 标准工作溶液:取一定量储备液(3.9),用流动相(3.8)稀释至棕色容量瓶,配制成浓度为 0.2 $\mu\text{g/mL}$,0.5 $\mu\text{g/mL}$,1.0 $\mu\text{g/mL}$,5 $\mu\text{g/mL}$,10 $\mu\text{g/mL}$,20 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液。
- 3.11 孔径为 0.45 μm 的有机过滤膜。

注:由于呋喃妥因和呋喃唑酮对光十分敏感,见光容易变质分解,因而配制标准溶液一定要使用棕色容量瓶,其他玻璃器皿也需进行避光处理,所有操作都应在避光条件下进行。操作时还应避免吸入、接触有毒的标准品和试剂。

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,转速不低于 5 000 r/min。
- 4.5 溶剂过滤器,能放置孔径为 0.45 μm 的有机过滤膜。
- 4.6 具塞比色管 25 mL。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取化妆品试样 0.5 g(精确到 0.001 g),置于 25 mL 具塞比色管中,加入 15 mL 提取剂(3.6),充分混匀,在超声波清洗器中超声提取 20 min,然后用去离子水定容至 25 mL,混匀。取约 10 mL 上述溶液于离心管中,以 5 000 r/min 高速离心 20 min,取上清液,经 0.45 μm 有机过滤膜(3.11)过滤,滤液供液相色谱测定用。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 色谱柱:ODS C₁₈柱:250 mm×4.6 mm,粒径 5 μm,或相当者。

5.2.1.2 流动相:乙腈加 0.4%乙酸水溶液(30+70,v/v)。

5.2.1.3 流速:1.0 mL/min。

5.2.1.4 检测波长:365 nm。

5.2.1.5 柱温:25 ℃。

5.2.1.6 进样量:10 μL。

5.2.2 标准工作曲线绘制

分别移取 10 μL 浓度为 0.2 μg/mL,0.5 μg/mL,1.0 μg/mL,5.0 μg/mL,10 μg/mL,20 μg/mL 的标准工作溶液(3.10),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 10 μL 处理后的样品溶液(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色谱峰浓度。样品溶液中的呋喃妥因和呋喃唑酮的响应值均应在仪器测定的线性范围之内。呋喃妥因和呋喃唑酮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,如果检出呋喃唑酮和呋喃妥因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,则可初步确认样品中存在呋喃唑酮或呋喃妥因。必要时,阳性样品需用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):

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

式中:

X_i——样品中呋喃唑酮或呋喃妥因的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i——标准曲线查得呋喃唑酮或呋喃妥因的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_i——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 检出限与定量限

呋喃妥因和呋喃唑酮的检出限均为 2 mg/kg,定量限均为 8 mg/kg。

8 回收率和精密度

在添加浓度 8 mg/kg~400 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%。



附录 A
(资料性附录)
标准物质液相色谱图

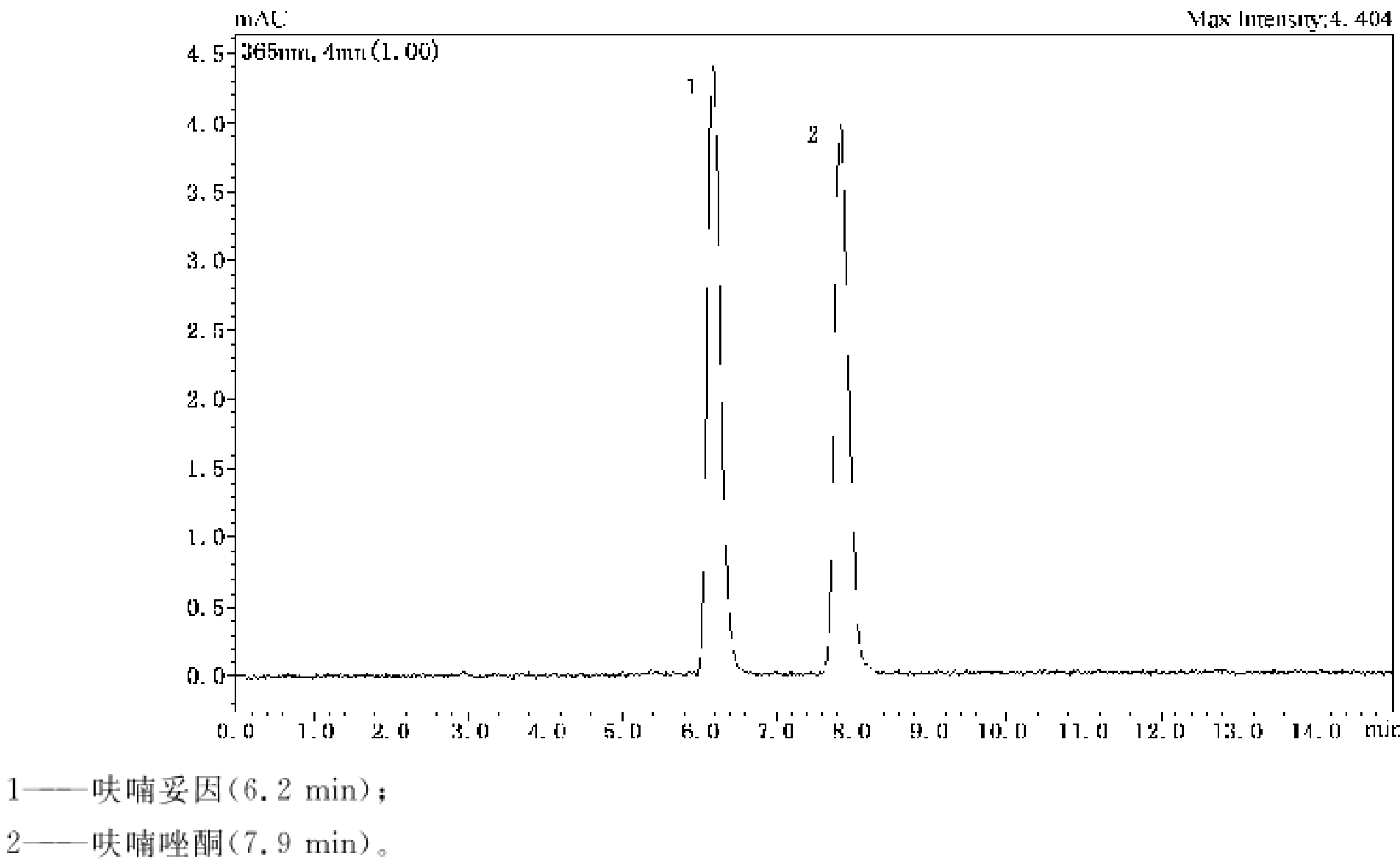


图 A.1 呋喃妥因和呋喃唑酮标准物质液相色谱图