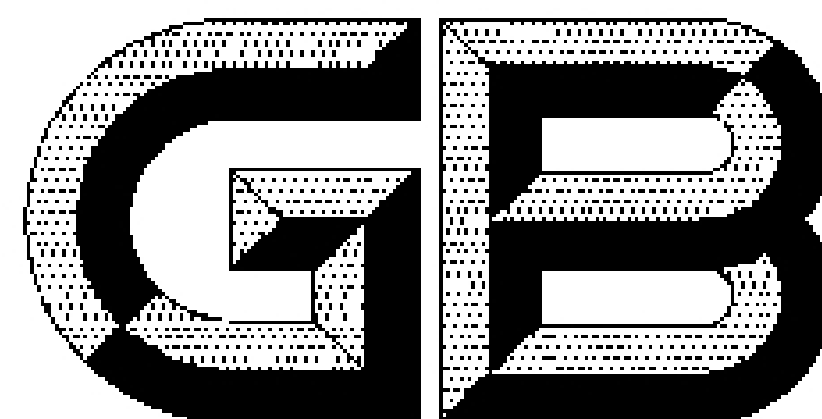




中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.4—2009

化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的测定 高效液相色谱法

Determination of chlortalidone and phenothiazine 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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：肖海清、张庆、王超、武婷、席广成、王星、吴颖、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。



化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的高效液相测定方法。

本标准适用于化妆品中氯噻酮和吩噻嗪含量的测定。

本标准对于氯噻酮和吩噻嗪的检出限为 2 mg/kg,定量限为 8 mg/kg。

2 原理

以丙酮为提取溶剂,超声波水浴提取后,离心,用 0.45 μm 的有机滤膜过滤,取 20 μL 溶液注入配有紫外检测器的高效液相色谱仪检测,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为高纯水。

3.1 丙酮。

3.2 无水磷酸二氢钠。

3.3 氢氧化钠。

3.4 甲醇(色谱纯)。

3.5 氯噻酮,纯度不小于 98.0%。

3.6 吩噻嗪,纯度不小于 99.0%。

3.7 0.5%氢氧化钠溶液:称取 2.5 g 氢氧化钠(3.3),精确至 0.001 g,用 500 mL 水溶解,保存于塑料瓶中。

3.8 30 mmol/L 磷酸二氢钠溶液:称取 3.60 g 无水磷酸二氢钠(3.2),精确至 0.001 g,加入 1 000 mL 水溶解后,用 0.5%氢氧化钠溶液(3.7)调节 pH 为 5.60,过 0.45 μm 有机滤膜。

3.9 分别称取氯噻酮(3.5)和吩噻嗪(3.6)0.1 g,精确至 0.000 1 g,用甲醇(3.4)溶解后分别定容至 100 mL 容量瓶中,密封、避光、冷藏保存,保存期 6 个月。

3.10 氯噻酮和吩噻嗪混合标准储备液(200 mg/L):分别移取氯噻酮和吩噻嗪标准储备液(3.9)10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇(3.4)定容,密封、避光、冷藏保存,保存期 6 个月。

3.11 标准工作溶液:取一定量混和标准储备液(3.10),用甲醇(3.4)和 30 mmol/L 磷酸二氢钠溶液(3.8)(55+45,v/v)稀释,配制成浓度为 0.2 mg/L,0.5 mg/L,2 mg/L,5 mg/L,20 mg/L 的溶液,现用现配。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪,配紫外检测器。

4.2 微量进样器,50 μL 。

4.3 超声波清洗器。

4.4 离心机,最高转速不小于 15 000 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 10 mL、25 mL。

5 试验步骤

5.1 提取

称取化妆品试样 0.5 g(精确到 0.001 g),置于 10 mL 具塞离心管中,加入丙酮(3.1)6 mL,充分混匀,在超声波清洗器中超声提取 10 min,以 15 000 r/min 离心 10 min,将上清液转移至 25 mL 具塞管中,下层沉淀用丙酮(3.1)重复提取两次,每次 2 mL,合并上清液,用 30 mmol/L 磷酸二氢钠溶液(3.8)定容至 25 mL,混匀。取约 5 mL 上述溶液于离心管中,以 15 000 r/min 离心 15 min,上清液过 0.45 μm 有机滤膜后,待用。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 色谱柱: C₁₈柱: 250 mm×4.6 mm(内径),颗粒直径 5 μm,或相当者。

5.2.1.2 流动相: A: 30 mmol/L 磷酸二氢钠溶液(3.8), B 甲醇(3.4),梯度洗脱条件见表 1。

表 1 方法的梯度洗脱条件

时间/min	0	6	15	16	21	24	28
A/%	45	20	20	10	10	45	45
B/%	55	80	80	90	90	55	55

5.2.1.3 流速: 1.0 mL/min。

5.2.1.4 检测波长: 230 nm。

5.2.1.5 色谱柱温: 30 ℃。

5.2.1.6 进样量: 20 μL。

5.2.2 标准工作曲线绘制

取浓度为 0.2 mg/L, 0.5 mg/L, 2 mg/L, 5 mg/L, 20 mg/L 的标准工作溶液(3.11),按色谱条件(5.2.1)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。

5.3 试样测定

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色谱峰浓度。样品溶液中的氯噻酮和吩噻嗪的响应值均应在标准工作曲线浓度范围之内,氯噻酮和吩噻嗪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。必要时,阳性样品需用其他方法进行确认试验。

5.4 空白试验

除不称取试样外,均按上述操作步骤进行。

6 结果计算

结果按式(1)计算(计算结果应扣除空白值):

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \cdot V_i}{m}$$

.....SZIC.....(1)

式中:

- X_i——样品中氯噻酮或吩噻嗪的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i——标准曲线计算所得氯噻酮或吩噻嗪的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c₀——标准曲线计算所得空白样品中氯噻酮或吩噻嗪的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- 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

本方法对氯噻酮的检出限为 2 mg/kg,定量限为 8 mg/kg。

对吩噻嗪的检出限为 2 mg/kg,定量限为 8 mg/kg。

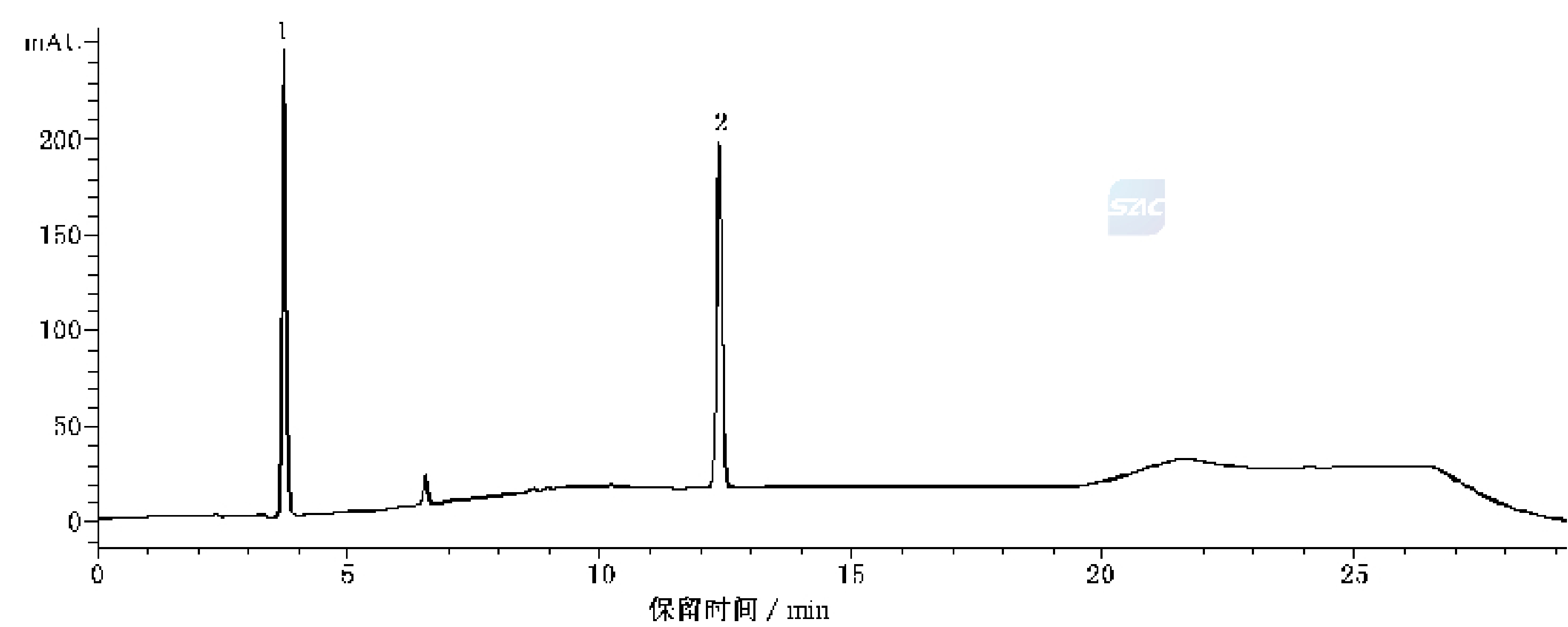
8 回收率和精密度

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



1——氯噻酮(3.7 min)；
2——吩噻嗪(12.4 min)。

图 A.1 氯噻酮和吩噻嗪标准物质液相色谱图
