



中华人民共和国国家标准

GB/T 30940—2014

化妆品中禁用物质维甲酸、 异维甲酸的测定高效液相色谱法

Determination of tretinoin and isotretinoin in cosmetics
—High performance liquid chromatography

2014-07-08 发布

2014-11-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：杭州市质量技术监督检测院、中国计量学院、上海市日用化学工业研究所(国家香料香精化妆品质量监督检验中心)。

本标准主要起草人：屠海云、肖海龙、俞晓平、芮昶、叶子弘、周敏、林寨君、王红青、赵凯、姜荷、林伟杰、方陈玉、范文超、韩吉春、金其璋。



引 言

本标准中的维甲酸是我国《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。异维甲酸是维甲酸的同分异构体。

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。



化妆品中禁用物质维甲酸、 异维甲酸的测定高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了液相色谱法测定化妆品中维甲酸和异维甲酸的方法。

本标准适用于皮肤护理类化妆品中维甲酸和异维甲酸的测定。

本标准对于维甲酸和异维甲酸的检出限为 1.0 mg/kg,定量限为 3.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

以甲醇为溶剂,超声提取、离心,0.45 μm 的有机滤膜过滤,液相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 冰乙酸。

4.3 二氯甲烷。

4.4 维甲酸标准储备液:准确称取维甲酸 0.01 g,精确到 0.000 1 g,于 50 mL 棕色容量瓶中,加适量甲醇超声溶解,用甲醇定容至刻度,即得维甲酸溶液浓度为 200 mg/L 的标准储备液。冰箱避光冷藏保存,可使用 2 个月。

4.5 异维甲酸标准储备液:准确称取异维甲酸 0.01 g,精确到 0.000 1 g,于 50 mL 棕色容量瓶中,加适量甲醇超声溶解,用甲醇定容至刻度,即得异维甲酸溶液浓度为 200 mg/L 的标准储备液。冰箱避光冷藏保存,可使用 2 个月。

4.6 标准工作溶液:分别移取上述两种标准储备液(4.4)、(4.5),用甲醇配成 0.15 mg/L~50.0 mg/L 的混合标准工作溶液,现配现用。

4.7 维甲酸和异维甲酸的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A 的表 A.1。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.2 高效液相色谱仪,配二极管阵列检测器。

5.3 超声波清洗器。

5.4 离心机。

5.5 刻度离心管：10 mL。

6 分析步骤

6.1 试样制备

称取化妆品试样 0.5 g(精确到 0.001 g)于 10 mL 的刻度试管中,加入甲醇并定容至刻度,涡旋振荡至试样分散均匀,超声提取 10 min,6 500 r/min,离心 10 min,上清液经 0.45 μm 滤膜过滤,滤液待测。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱参考条件

液相色谱测定参考条件如下：

- a) 色谱柱类型：C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm 粒径：5 μm)；或具有同等性能的色谱柱；
- b) 样品进样量：10 μL；
- c) 流动相：A：0.5%冰乙酸甲醇溶液(1 000 mL 甲醇中加入 5 mL 冰乙酸)；B：0.5%冰乙酸水溶液(1 000 mL 水中加入 5 mL 冰乙酸)；
- d) 流动相流速：1.0 mL/min；
- e) 测定波长：358 nm；
- f) 梯度洗脱条件见表 1。

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	80	20
30	95	5

6.2.2 测定

用配制的标准工作溶液(4.6)绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,超过线性范围则应稀释后再进样分析。标准物质色谱图和光谱图参见附录 B 中的图 B.1 和图 B.2。

7 结果计算

试样中待测组分的含量按式(1)计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- X —— 试样中待测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- c —— 从标准工作曲线得到被测组分溶液浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- V —— 样品溶液定容体积,单位为毫升(mL)；
- m —— 样品溶液所代表试样的质量,单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值。

8 检出限和定量限

本标准对于维甲酸和异维甲酸的检出限为 1.0 mg/kg,定量限为 3.0 mg/kg。

9 回收率和精密度

添加浓度在 3 mg/kg~1 000 mg/kg 范围内,加标回收率为 90%~105%之间,相对标准偏差小于 10%。

10 允许差

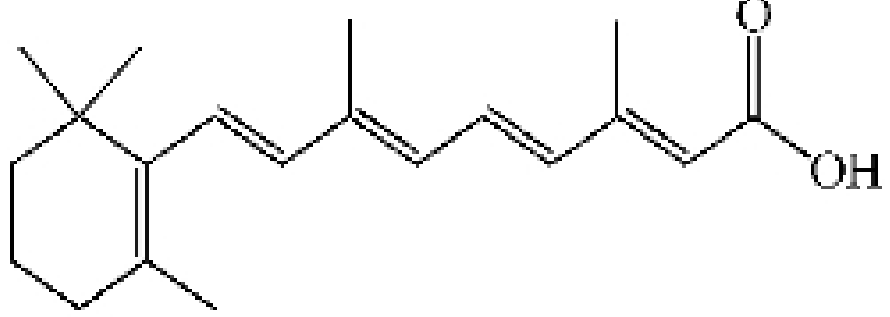
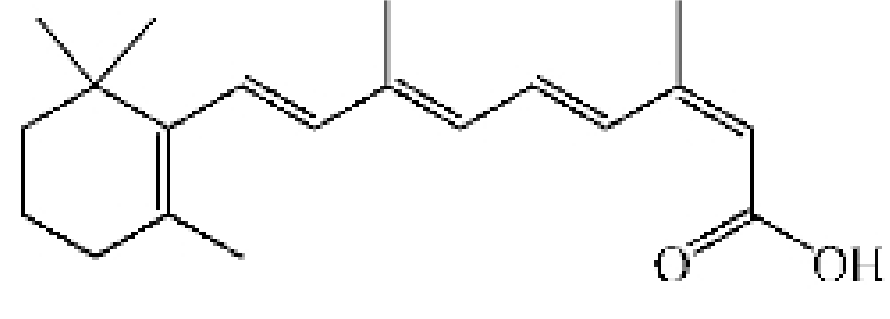
在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。



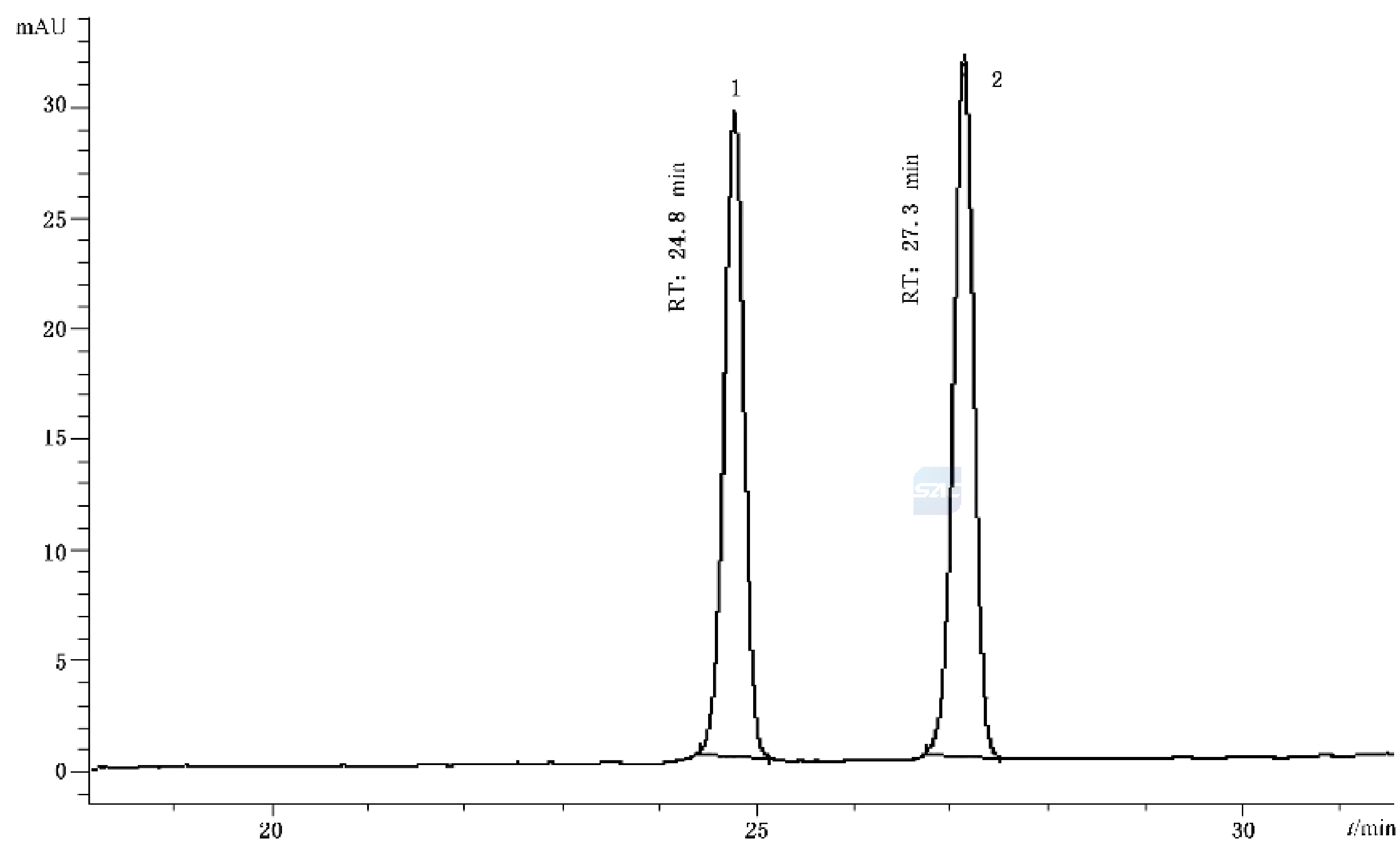
附 录 A
(资料性附录)

维甲酸、异维甲酸的 CAS 号、相对分子质量、分子式和结构式

表 A.1 维甲酸、异维甲酸的 CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

名称	CAS 号	分子式	相对分子质量	结构式
维甲酸	302-79-4	$C_{20}H_{28}O_2$	300.44	
异维甲酸	4759-48-2	$C_{20}H_{28}O_2$	300.44	

附录 B
(资料性附录)
标准物质色谱图和光谱图

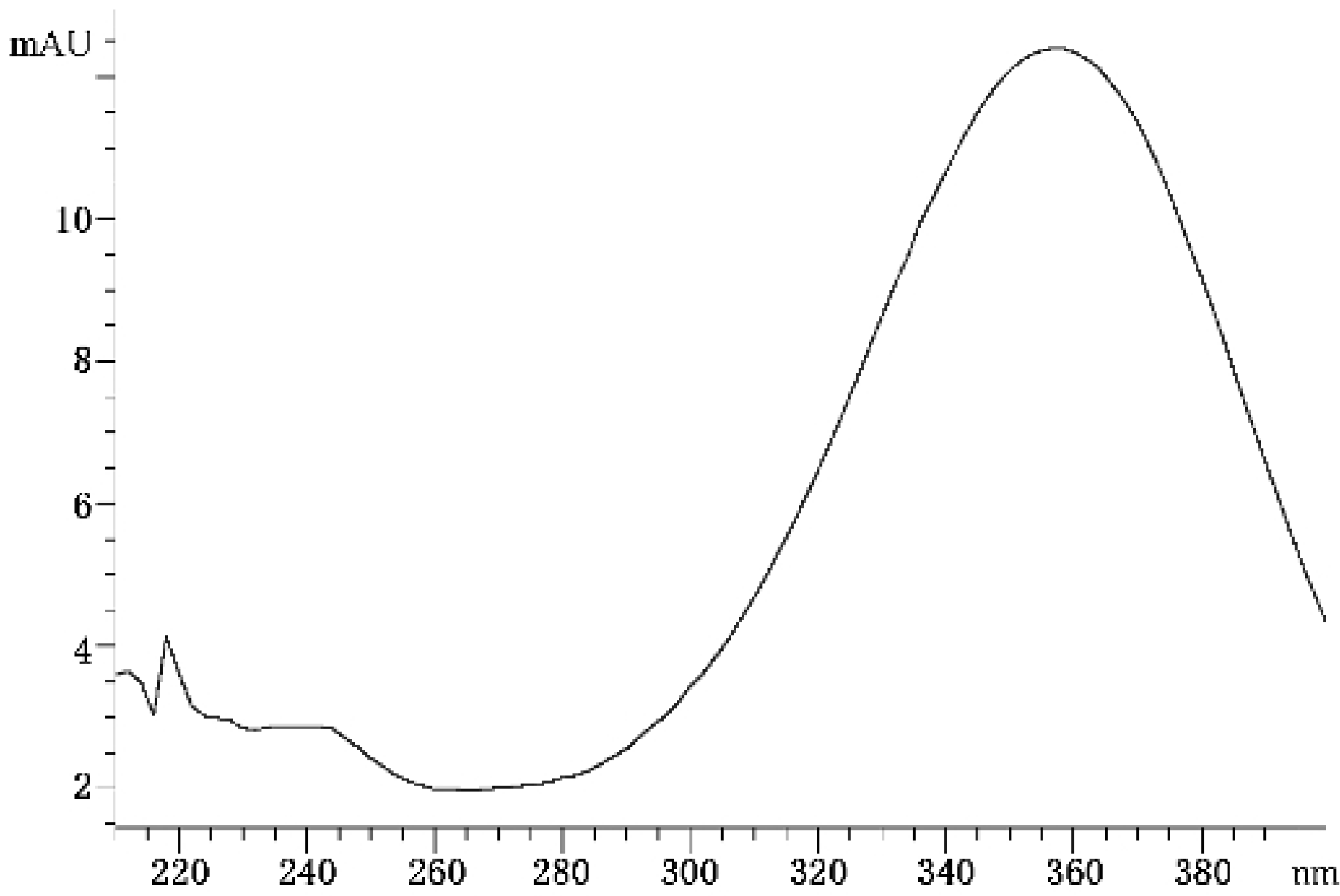


说明：

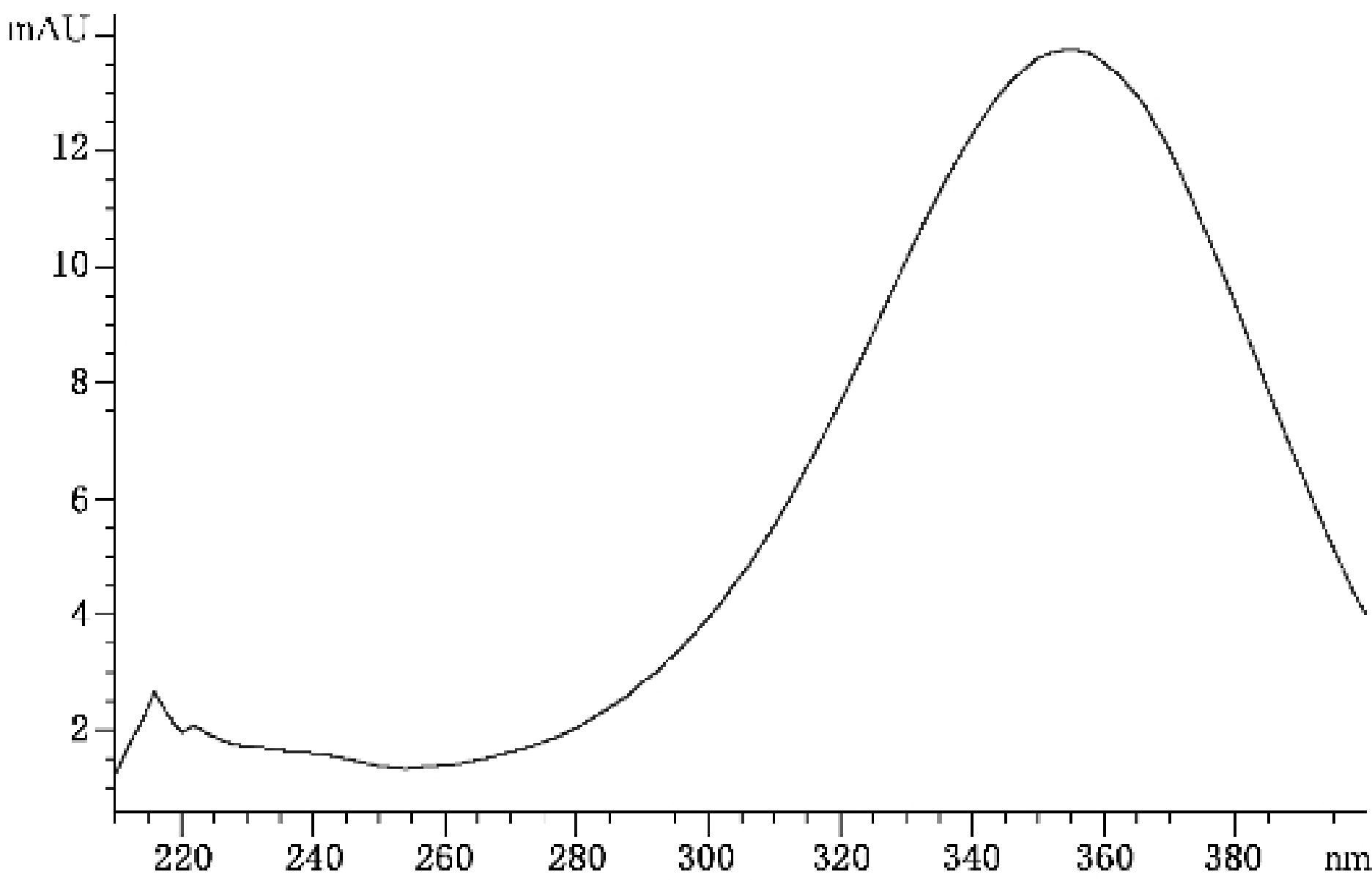
1——异维甲酸(24.8 min)；

2——维甲酸(27.3 min)。

图 B.1 维甲酸和异维甲酸标准物质色谱图



异维甲酸



维甲酸

图 B.2 维甲酸和异维甲酸标准物质光谱图
