

中华人民共和国国家标准

GB/T 30087—2013

化妆品中保泰松含量的测定方法 高效液相色谱法

Determination of pheybutazone in cosmetics by high performance
liquid chromatography method

2013-12-17 发布

2014-03-01 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 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

本标准由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)归口。

本标准起草单位：国家化妆品质量监督检验中心(北京)、北京市海淀区产品质量监督检验所、中检联盟(北京)质检技术研究院。

本标准主要起草人：王浩、刘艳琴、史海良、杨红梅、穆同娜、田艳玲。

中国检验检疫科学研究院化妆品技术中心专用

化妆品中保泰松含量的测定方法

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中保泰松含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于水剂类、膏霜乳液类、唇膏类等化妆品中保泰松的测定。

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 原理

样品经含 2%氨水的甲醇溶液超声提取,富集提取液后,用高效液相色谱仪测定,外标法定量,液相色谱/质谱确证。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氨水。

4.2 乙酸铵。

4.3 氯化钠。

4.4 四氢呋喃:色谱纯。

4.5 甲醇:色谱纯。

4.6 乙腈:色谱纯。

4.7 2%氨水的甲醇溶液:移取 10 mL 氨水(4.1)至 500 mL 容量瓶中,甲醇(4.5)定容。

4.8 乙腈+甲醇(1+2,V/V):量取 250 mL 乙腈(4.6)与 500 mL 甲醇(4.5)混合。

4.9 20 mmol/L 乙酸铵溶液:称取 1.54 g 乙酸铵(4.2)置于烧杯中,加水溶解并定容至 1 000 mL。

4.10 保泰松标准样品:具体信息见表 1。

表 1 保泰松标准样品信息

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量	纯度
保泰松	Phenylbutazone	50-33-9	$C_{19}H_{20}N_2O_2$	308.38	$\geq 99\%$

4.11 标准储备液:准确称取 0.1 g 标准样品(4.10),精确至 0.000 1 g,于 50 mL 烧杯中,加适量甲醇(4.5)溶解后移入 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇(4.5)定容。该溶液于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下保存,可保存六个月。

4.12 标准工作溶液:取适量的标准储备液(4.11),用含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)配制成系列标准工作溶液,质量浓度分别为:0.200 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.13 滤膜:0.45 μm ,有机相。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配二极管阵列或紫外检测器。

5.2 液相色谱/质谱仪:配有电喷雾离子源。

5.3 分析天平:感量分别为 0.000 1 g 和 0.001 g。

5.4 超声波清洗器。

5.5 旋转蒸发器。

5.6 涡旋混合器。

6 分析步骤

6.1 样品制备

6.1.1 水剂类样品

称取 1.0 g 样品,精确至 0.001 g,置于 10 mL 比色管中,用含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)定容。超声提取 10 min,经滤纸过滤,过 0.45 μm 有机相滤膜(4.13),滤液用液相色谱仪测定。

6.1.2 膏霜乳液类样品

称取 0.5 g 样品,精确至 0.001 g,置于 25 mL 比色管中,用含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)定容。超声提取 20 min,经滤纸过滤[如有浑浊或乳化现象,加入约 0.2 g 的氯化钠(4.3)],吸取 15 mL 滤液至 100 mL 蒸发瓶内,于 45 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中减压蒸馏至近干,用 3 mL 含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)溶解,过 0.45 μm 有机相滤膜(4.13),滤液用液相色谱仪测定。

6.1.3 唇膏类样品

称取 0.5 g 样品,精确至 0.001 g,置于 25 mL 比色管中,先加入 1 mL 四氢呋喃(4.4),涡旋混匀,再用含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)定容。超声提取 20 min,经滤纸过滤[如有浑浊或乳化现象,加入约 0.2 g 的氯化钠(4.3)],吸取 15 mL 滤液至 100 mL 蒸发瓶内,于 45 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中减压蒸馏至近干,用 3 mL 含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)溶解,过 0.45 μm 有机相滤膜(4.13),滤液用液相色谱仪测定。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:ODS C_{18} 色谱柱,250 mm $\times$ 4.6 mm(i.d.),5 μm ,或性能相当者;
- b) 柱温:25 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 检测波长:270 nm;
- d) 进样量:10 μL ;
- e) 流速:1.0 mL/min;
- f) 流动相:流动相及液相色谱梯度洗脱条件见表 2。

表 2 色谱梯度洗脱条件

时间 min	乙腈+甲醇(4.8) %	20 mmol/L 乙酸铵(4.9) %
0	45	55
18	45	55
20	100	0
25	100	0
25.1	45	55

6.2.2 标准工作曲线绘制

分别移取 10 μL 浓度为 0.200 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液(4.12),按液相色谱条件(6.2.1)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。

标准样品色谱图参见图 A.1。

6.2.3 定量分析

用微量注射器准确吸取 10 μL 处理后的样品溶液(6.1)注入液相色谱仪,按液相色谱条件(6.2.1)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工作曲线上求出相应的色谱峰浓度。样品溶液中被测物的响应值应在仪器测定的线性范围之内,含量高的样品可取适量样品溶液用含 2%氨水的甲醇溶液(4.7)稀释后进行测定。

6.2.4 定性确证

进行样品测定时,如果检出样品的色谱峰的保留时间与标准样品相一致,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样品的紫外吸收图谱相一致,则样品中可能存在保泰松。阳性样品需用液相色谱/质谱进行确证试验(参见附录 B)。

6.3 空白试验

除不称取样品外,均按上述测定条件和步骤进行。

6.4 平行试验

按以上步骤,对同一样品进行平行试验测定。

7 结果计算

样品中保泰松的含量按式(1)计算:

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

式中:

X ——样品中保泰松的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样品中保泰松面积对应的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g);

k ——乘积因子,对于水剂类化妆品, $k=1$;对于膏霜乳液类、唇膏类化妆品, $k=0.2$ 。

注:计算结果需扣除空白值。测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

8 检出限与定量限

水剂类、膏霜乳液类、唇膏类化妆品中保泰松的检出限为 2 mg/kg,定量限为 8 mg/kg。

9 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)
标准样品色谱图

标准样品色谱图见图 A.1。

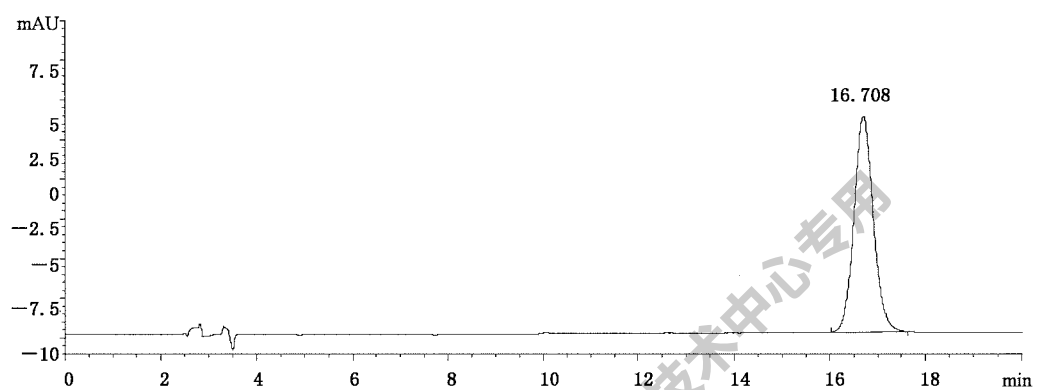


图 A.1 保泰松标准样品色谱图

附 录 B
(资料性附录)
确 证 试 验

B.1 色谱条件

- a) 色谱柱: ODS C₁₈ 色谱柱(硅氧烷键合到硅胶表面, 填料不封端), 50 mm × 2.1 mm (i. d.), 1.8 μm, 或性能相当者。
- b) 流动相: 甲醇+水溶液(60+40, V/V)。
- c) 流速: 0.25 mL/min。
- d) 进样量: 10 μL。
- e) 柱温: 25 ℃。

B.2 质谱条件

- a) 电离方式: 电喷雾电离, 负离子模式。
- b) 监测方式: 多反应监测(MRM)。
- c) 雾化气压力: 275.8 kPa。
- d) 干燥气温度: 340 ℃。
- e) 干燥气流速: 8 L/min。
- f) 定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量见表 B.1。

表 B.1 保泰松的定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量

中文名称	定性离子对(<i>m/z</i>)	定量离子(<i>m/z</i>)	碎裂电压 V	碰撞能量 eV
保泰松	307.1/279.2 307.1/131.3	307.1/279.2	135	10/15

B.3 定性确证

被测组分选择 1 个母离子, 2 个以上子离子, 在相同试验条件下, 样品中待测物质的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在 ±2.5% 之内; 且样品中被测组分定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较, 偏差不超过表 B.2 规定的范围, 则可判定为样品中存在对应的待测物。保泰松的选择离子质量色谱图见图 B.1。

表 B.2 定性确证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
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

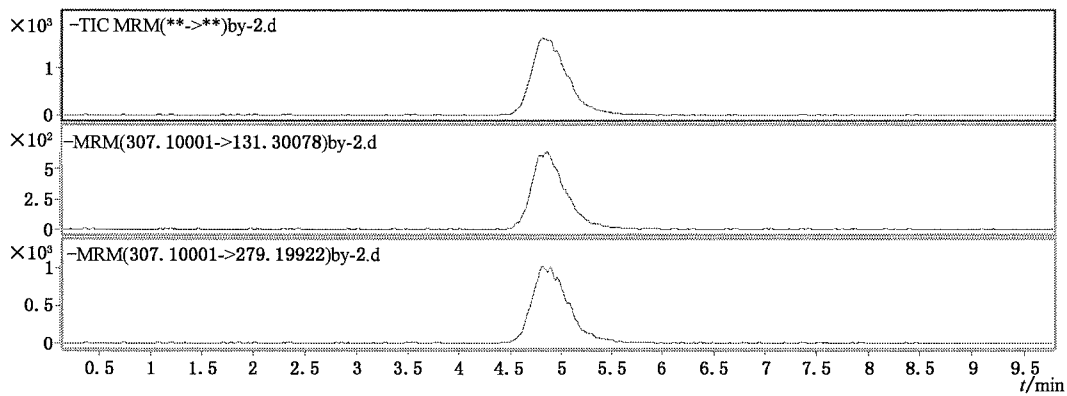


图 B.1 保泰松标准溶液 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图

中国检验检疫科学研究院化妆品技术中心

中国检验检疫科学研究院化妆品技术中心专用

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化妆品中保泰松含量的测定方法
高效液相色谱法
GB/T 30087—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

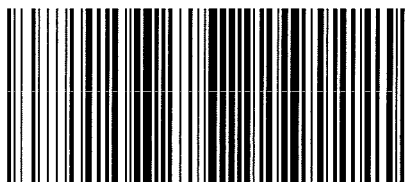
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48554 定价 16.00 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)68510107



GB/T 30087-2013