

化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的测定

GB/T 24800.4-2009

1、适用范围

本标准规定了化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于化妆品中氯噻酮和吩噻嗪含量的测定（本实验样品为护手霜）

参考标准：《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》

2、溶液的配制

- 1) 0.5%氢氧化钠溶液：称取 2.5g 氢氧化钠，精确到 0.001g，并用 500mL 水溶解，保存于塑料瓶中。
- 2) 30mmol/L 磷酸二氢钠溶液（pH=5.60）：称取 3.60g 无水磷酸二氢钠，精确到 0.001g，加入 1000mL 水溶解，再用 0.5%氢氧化钠溶液调节 pH 为 5.60，过 0.45 μ m 滤膜。
- 3) 氯噻酮标准储备液：称取 5mg 氯噻酮标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 4) 吩噻嗪标准储备液：称取 5mg 吩噻嗪标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 5) 混合标准工作液：吸取 0.4mL 氯噻酮标准储备液和 0.4mL 吩噻嗪标准储备液，混匀，再用甲醇定容至 10mL，配制成 20 μ g/mL 的混合标准工作液。

3、提取步骤



称取化妆品试样 0.5g（精确到 0.001g），置于 15mL 离心管中，加入丙酮 6mL，充分混匀，超声提取 10min，8000r/min 离心 10min，将上清液转移至 50mL 离心管中，下层沉淀用丙酮重复提取两次，每次 2mL，合并上清液，用 30mmol/L 磷酸二氢钠溶液定容至 25mL，混匀。取约 5mL 上述溶液于离心管中，8000r/min 离心 15min，上清液过 0.22 μ m 微孔滤膜，待用。

4、注意事项

- 1) 加标水平：0.5g 样品中加入 1.25mL 20 μ g/mL 标准工作液，定容至 25mL，因此加标水平为 50mg/kg，最终机度数为 1.0 μ g/mL。

5、色谱条件

5.1 高效液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6 \times 250mm，5 μ m

洗脱程序：

	30mmol/L 磷酸二氢钠溶液	甲醇
0min	45	55
6min	20	80
15min	20	80
16min	10	90
21min	10	90
24min	45	55
28min	45	55



流速：1.0mL/min

柱温：30°C

进样量：20μL

检测波长：230nm

6、色谱图或者加标回收率结果

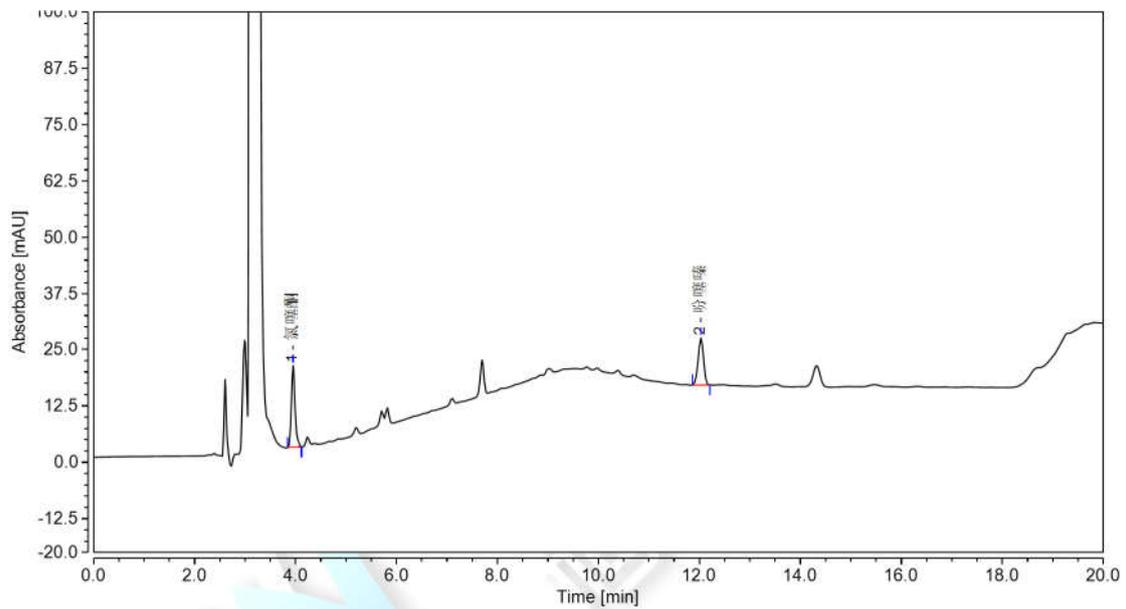


图 1.氯噻酮和吩噻嗪空白基质加标 50mg/kg 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)
氯噻酮	3.952	1.5044	18.09	53.99	1.26	16151
吩噻嗪	12.030	1.2819	10.41	46.01	0.95	60031



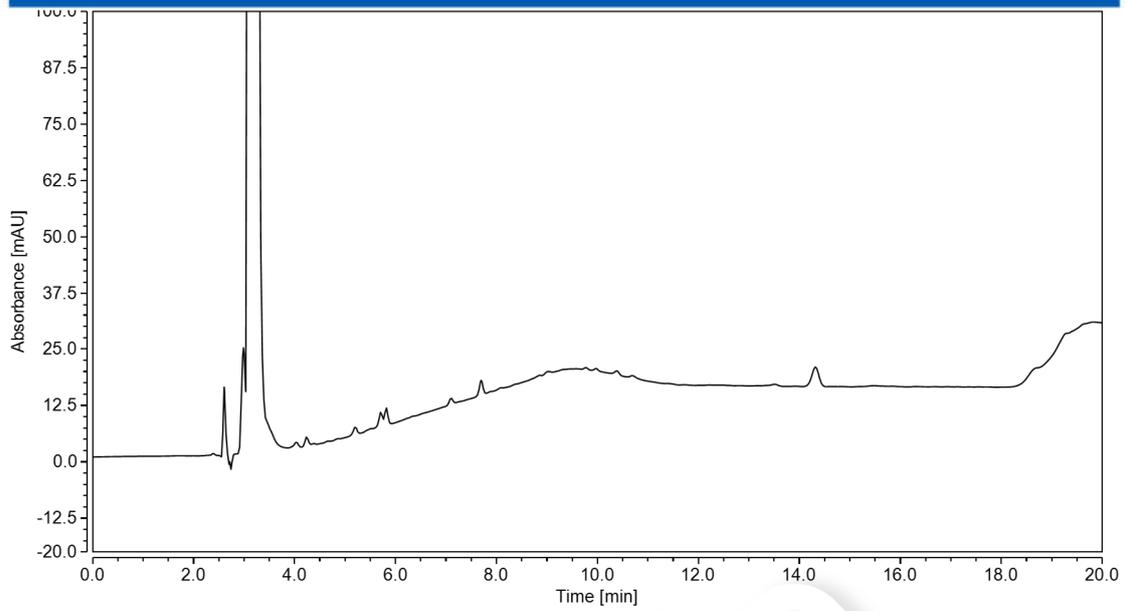


图 2.化妆品样品空白图谱

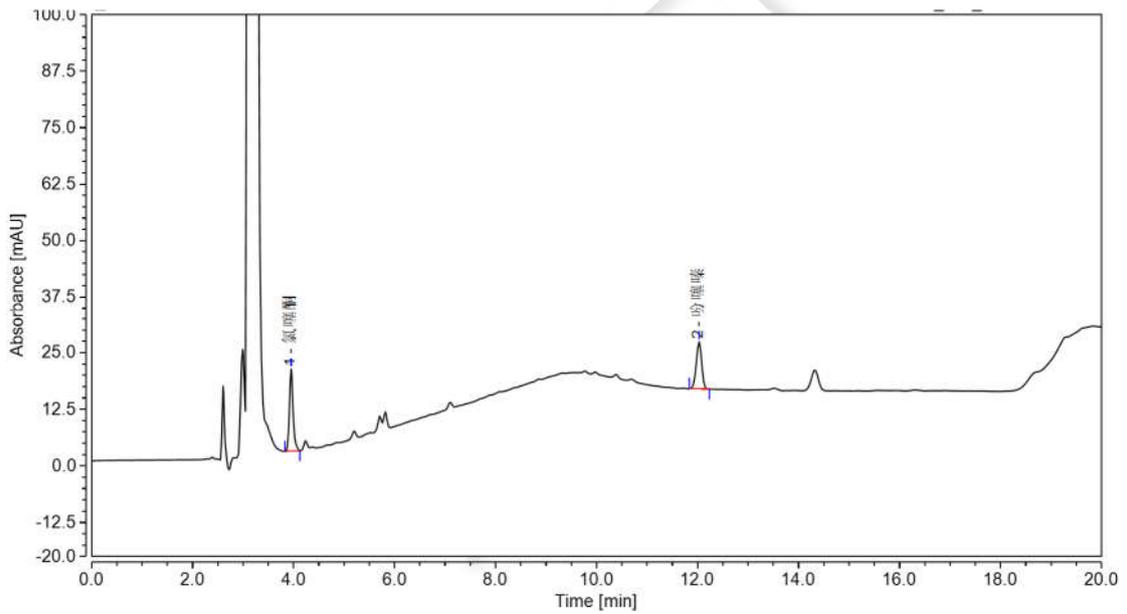


图 3.化妆品样品加标 50mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
氯噻酮	50mg/kg	98.32%	0.20%
吩噻嗪	50mg/kg	98.07%	1.84%



8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 15mL, 50/包
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50mL, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	Ultimate®XB-C18	4.6×250mm, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22μm, 100pk
	氯噻酮标准品	CAS:77-36-1
	吩噻嗪标准品	CAS:92-84-2

