



中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.1—2009

化妆品中九种四环素类抗生素的测定 高效液相色谱法

Determination of 9 tetracyclines 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 妆 品 中 九 种 四 环 素 类 抗 生 素 的 测 定
高 效 液 相 色 谱 法

GB/T 24800.1—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 9 千字

2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39670

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)68533533

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。

本标准负责起草单位: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:武婷、王超、马强、张庆、席广成、肖海清、李琼、崔俭杰。

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。

化妆品中九种四环素类抗生素的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中九种四环素类抗生素的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于皮肤护理类化妆品中九种四环素抗生素的测定。

本标准二甲胺四环素的检出限为 25 mg/kg, 土霉素、四环素、去甲基金霉素的检出限为 10 mg/kg, 金霉素、美他环素、多西环素的检出限为 5 mg/kg, 差向脱水四环素和脱水四环素的检出限为 2.5 mg/kg。

二甲胺四环素的定量限为 50 mg/kg, 土霉素、四环素、去甲基金霉素的定量限为 25 mg/kg, 金霉素、美他环素、多西环素的定量限为 10 mg/kg, 差向脱水四环素和脱水四环素的定量限为 5 mg/kg。

2 原理

以甲醇为溶剂, 超声提取、离心, 0.45 μm 的有机滤膜过滤, 溶液注入配有二极管阵列检测器 (DAD) 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 甲醇: 色谱纯。

3.2 乙腈: 色谱纯。

3.3 九种四环素, 纯度不小于 97.0%; 土霉素, 纯度不小于 97.9%; 金霉素, 纯度不小于 99.0%; 多西环素, 纯度不小于 96.5%; 美他环素, 纯度不小于 99.6%; 去甲基金霉素, 纯度不小于 99.0%; 二甲胺四环素, 纯度不小于 99.0%; 脱水四环素, 纯度不小于 90.0%; 差向脱水四环素, 纯度不小于 90.0%。

3.4 九种四环素类抗生素标准储备液: 准确称取各类四环素 (3.3) 0.1 g, 精确到 0.000 1 g, 分别置于 50 mL 烧杯中, 加适量甲醇溶解, 溶液定量移入 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 混匀, 即得浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液。

九种四环素类抗生素混合标准储备液: 分别移取上述标准储备液 (3.4) 各 10 mL 至 100 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 即得浓度为 100 mg/L 的标准混合储备液。

3.5 九种四环素类抗生素标准工作溶液: 用甲醇将上述混合标准储备液 (3.5) 分别配成一系列浓度为 1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 的标准工作溶液, 冰箱冷藏保存, 可使用一周。

3.6 0.01 mol/L 草酸溶液: 称取草酸 ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 1.26 g, 精确至 0.001 g, 于 50 mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀, 即得 0.01 mol/L 的草酸溶液。

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, 大于 5 000 r/min。

4.5 溶剂过滤器和 0.45 μm 有机过滤膜。