



中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.8—2009

化妆品中甲氨嘌呤的测定 高效液相色谱法

Determination of methotrexate 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 甲 氨 嘌呤 的 测 定
高 效 液 相 色 谱 法
GB/T 24800.8—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: 155066·1-39676

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:王星、武婷、张庆、肖海清、席广成、马强、沈敏、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。

目前我国尚未规定该物质的限量值,本标准的制定,仅对化妆品中测定该物质提供检测方法。

化妆品中甲氨嘌呤的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中甲氨嘌呤的测定方法。

本标准适用于化妆品中甲氨嘌呤的测定。

本标准对于甲氨嘌呤的检出限为 1 mg/kg,定量限为 2.5 mg/kg。

2 原理

以流动相-甲醇与 0.025 mol/L 磷酸二氢钠 (pH5.0) (30+70, v/v) 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。水为超纯水。

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 四氢呋喃:色谱纯。

3.3 甲氨嘌呤,纯度不小于 97%,CAS 编号为:59-05-2。

3.4 甲氨嘌呤标准储备液:准确称取甲氨嘌呤 0.05 g,精确到 0.000 1 g,于 50 mL 烧杯中,加 1 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容至刻度,即得甲氨嘌呤溶液浓度为 500 mg/L 的标准储备液。储备液在冰箱冷藏保存,可使用两个月。

3.5 标准工作溶液:用水将上述标准储备液(3.4)分别配成一系列浓度 0.05 mg/L、0.1 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 的标准工作溶液,冰箱冷藏保存,可使用一周。

3.6 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 0.4 g,精确到 0.001 g,于 50 mL 烧杯中,加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,即得 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液。

3.7 0.025 mol/L 的磷酸二氢钠 (pH5.0):称取磷酸二氢钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 3.9 g,精确到 0.001 g,于 100 mL 烧杯中,加水溶解转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,即得 0.025 mol/L 的磷酸二氢钠溶液,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液(3.6)调节 pH 至 5.0。

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。

4.6 具塞比色管,10 mL。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取化妆品试样约 0.2 g,精确到 0.001 g,于 10 mL 具塞比色管中,加入 8 mL 流动相(甲醇: