

化妆品中螺内酯、过氧苯甲酰和维甲酸的测定

GB/T 24800.3-2009

1、适用范围

本标准规定了化妆品中螺内酯、过氧苯甲酰和维甲酸的测定方法。

本标准适用于皮肤护理类化妆品中螺内酯、过氧苯甲酰和维甲酸的测定。（本实验样品为精油）

参考标准：《GB/T 24800.3-2009 化妆品中螺内酯、过氧苯甲酰和维甲酸的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 0.1mol/L 氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠 0.4g，精确到 0.001g，于 50mL 烧杯中，加水溶解后转移至 100mL 容量瓶中，加水定容至刻度，即得 0.1mol/L 的氢氧化钠溶液。
- 2) 0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）：称取二水合磷酸二氢钠 3.9g，精确至 0.001g，于 50mL 烧杯中，加水溶解，移入 1000mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，再用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.5。
- 3) 80%甲醇水溶液：量取 40mL 甲醇，10mL 水，混匀。
- 4) 螺内酯标准储备液：称取 5mg 螺内酯标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 5) 过氧苯甲酰标准储备液：称取 5mg 过氧苯甲酰标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 6) 维甲酸标准储备液：称取 5mg 维甲酸标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。



7) 混合标准工作液：吸取 0.4mL 螺内酯标准储备液、0.4mL 过氧苯甲酰标准储备液和 0.4mL 维甲酸标准储备液，混合，并用甲醇定容至 10mL，配制成 20 μ g/mL 的混合标准工作液。

3、提取步骤

准确称取 0.2g 化妆品试样（精确至 0.001g）于 15 mL 离心管中，加入甲醇 8mL，涡旋 1min，超声提取 20min，再用甲醇定容至 10mL，混匀，6000r/min 离心 20min，取上层清液 1mL 转移至另一只 15mL 离心管中，40 $^{\circ}$ C 下氮吹至近干，再加入 1mL 80% 甲醇水溶液复溶，经 0.22 μ m 微孔滤膜过滤，滤液作为待测样液。

4、注意事项

- 1) 加标水平：0.2g 样品中加入 0.5mL 20 μ g/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 50mg/kg，最终机度数为 1.0 μ g/mL。
- 2) 若提取过程难以获得上清液，可加入氯化钠破乳。

5、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate $^{\circ}$ XB-C18, 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流速：1.0mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：10 μ L

检测波长：0min~9.50min, 240nm; 9.51min~13min, 335nm

洗脱程序：0min 时，甲醇：0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）=80:20



5min 时，甲醇：0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）=80:20

7min 时，甲醇：0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）=90:10

13min 时，甲醇：0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）=90:10

18min 时，甲醇：0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）=80:20

25min 时，甲醇：0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液（pH6.5）=80:20

6、色谱图或者加标回收率结果

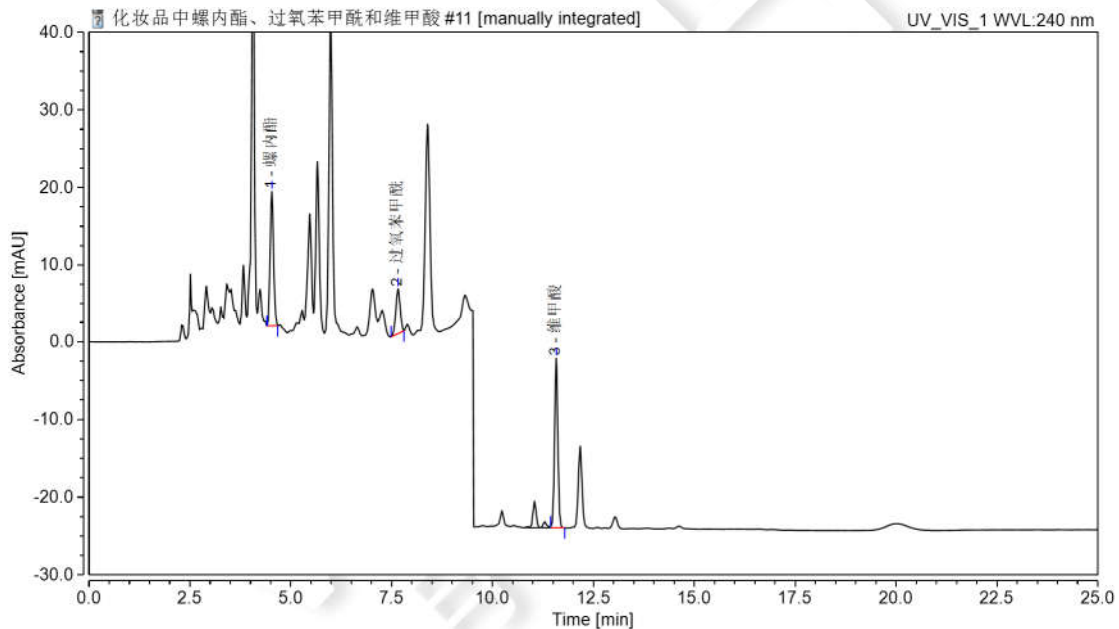


图 1.螺内酯、过氧苯甲酰和维甲酸空白加标 1.0 μ g/mL 图谱

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)
螺内酯	4.530	1.7113	17.43	38.19	1.11	13553
过氧苯甲酰	7.657	0.7337	5.89	16.38	0.98	23397
维甲酸	11.577	2.0356	21.83	45.43	1.03	100377



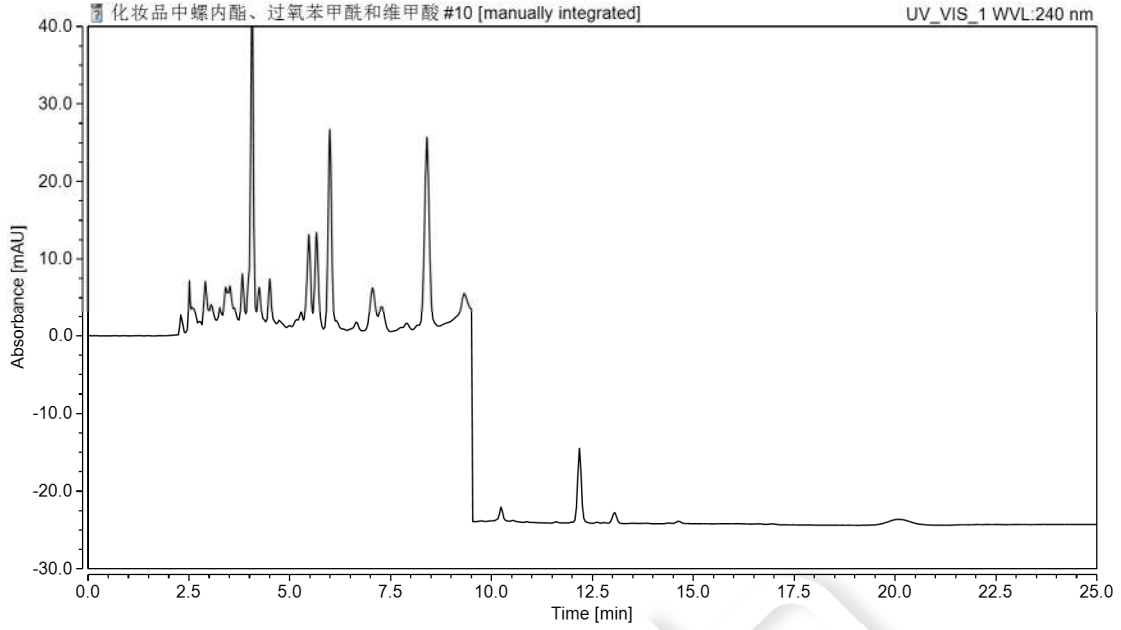


图 2.化妆品样品空白图谱

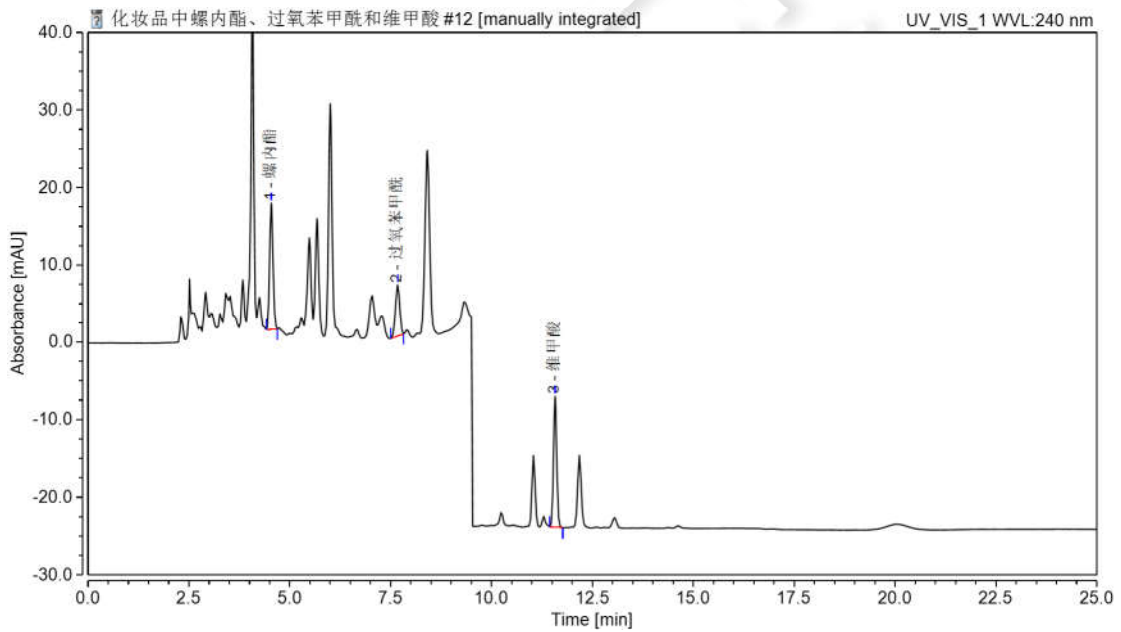


图 3.化妆品样品加标 50mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
螺内酯	50mg/kg	93.75%	1.32%



过氧苯甲酰	50mg/kg	110.97%	1.90%
维甲酸	50mg/kg	77.74%	3.16%

7、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
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	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm
	螺内酯标准品	CAS:52-01-7
	过氧苯甲酰标准品	CAS:94-36-0
	维甲酸标准品	CAS:302-79-4

