

化妆品中黄芩苷含量测定 QB/T4617-2013

1、适用范围

本标准适用于水剂、乳剂化妆品中黄芩苷的测定（以化妆水为基质）

参考标准：《QB/T4617-2013 化妆品中黄芩苷的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

1. 标准储备液：准确称取 5mg 黄芩苷于 25mL 容量瓶，得到 200 μ g/mL 储备液
2. 混合标准工作液：将标准储备液分别稀释得到 0 μ g/mL、1 μ g/mL、10 μ g/mL、20 μ g/mL、40 μ g/mL、100 μ g/mL 标准工作液
3. 50%甲醇水：125mL 甲醇+125mL 水。
4. 流动相 A：乙腈（色谱纯）
5. 流动相 B：量取 1mL 甲酸用水定容至 1000mL，得到 0.1%甲酸水
6. 15%甲酸-甲醇： 15mL 甲酸+85mL 甲醇

3、提取步骤

分析天平取样 1.00g 于具塞离心刻度试管中，加入 50%甲醇水至近 10mL，涡旋震荡 1min，30℃水浴超声提取 20min，冷却至室温后，用 50%甲醇水补足至 10mL。8000rpm 离心 5min，上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] P-SAX 规格： 150mg/6mL

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编：321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

活化： 5mL 甲醇、5mL 水，弃去；

上样：取待净化液 5mL 加入小柱，弃去；

淋洗： 5mL 甲醇，弃去；

洗脱： 10mL 15%甲酸甲醇洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

复溶：洗脱液氮吹至干，用 50%甲醇水定容至 1mL，供液相检测。

5、注意事项

加标水平：在 1.00g 样中加入 200 μ L 0.01mg/mL 的黄芩苷标准工作液，加标水平 2mg/kg，机读数为 1mg/L

6、色谱条件

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

流动相：A：乙腈 B：0.1%甲酸水（等度 A:B=30:70）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量： 20 μ L

检测波长：280nm

7、色谱图和加标回收率

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编：321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

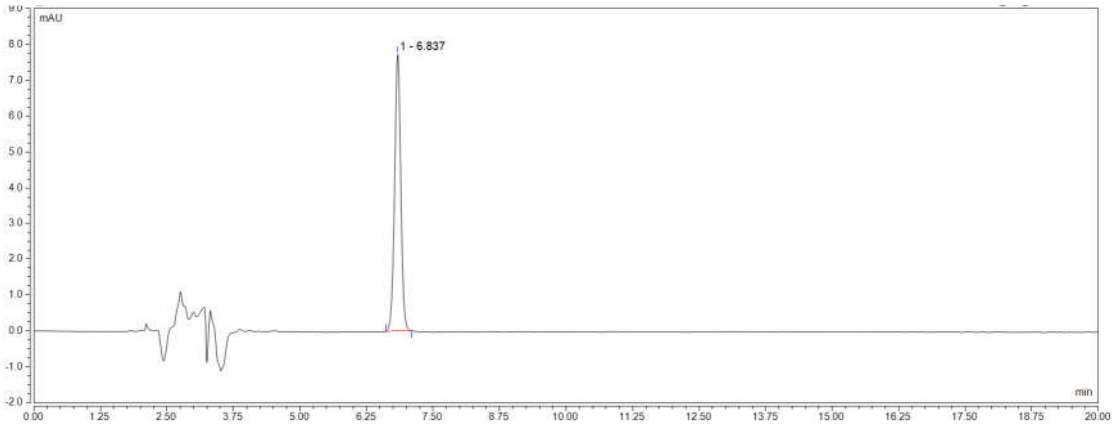


图 1.黄芩苷 1µg/mL 标准图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		EP	EP
黄芩苷	6.837	1.0390	7.74	100	1.00	n.a	17268

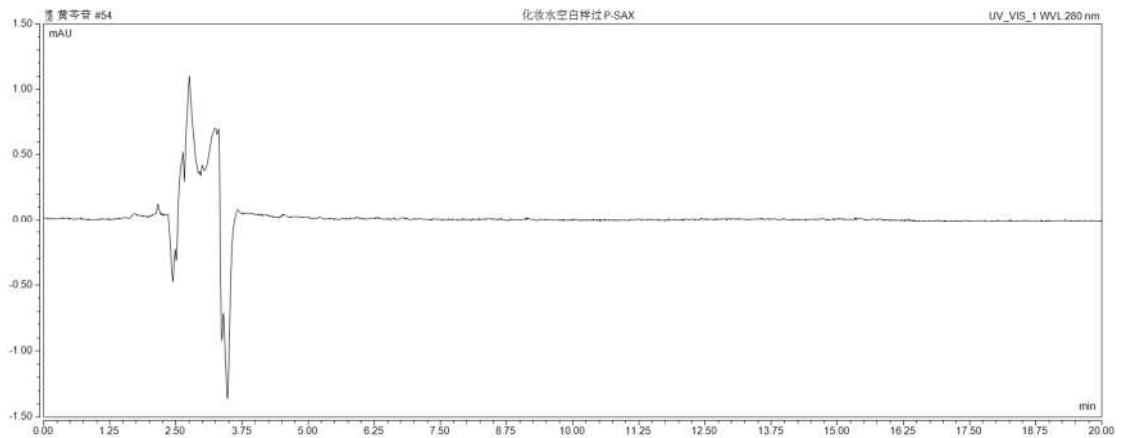


图 2. 化妆水空白样过柱图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

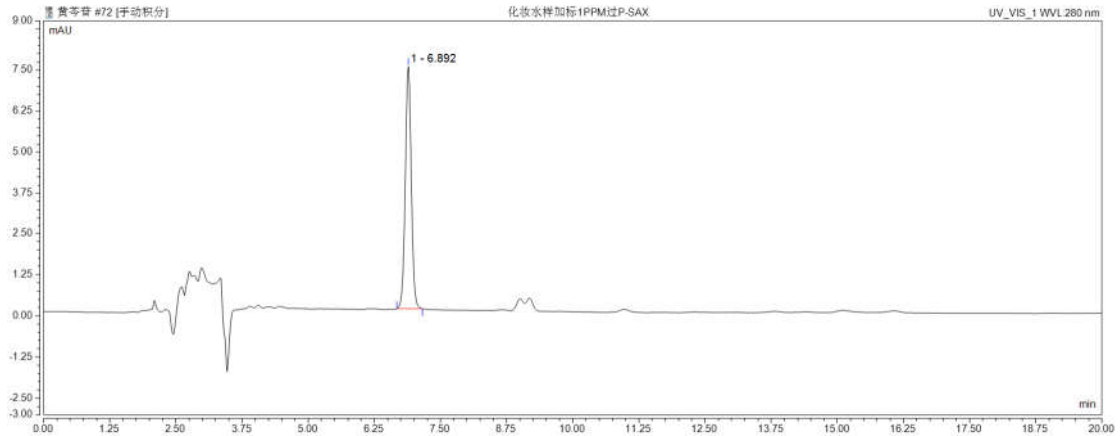


图 3.化妆水样加标 2mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
黄芩苷	2	102.74%	4.67%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00524-20043	SPE 小柱	Welchrom®P-SAX, 150mg/6mL, 30pk
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
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
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
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
CDAA-280867	黄芩苷标准品	CAS:21967-41-9, 20mg

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com