ICS 71.100.70
Y 42

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中藜芦碱（藜芦定）的测定 高效液相色谱法

Determination of veratrine in cosmetics—HPLC method

（工作组讨论稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 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

前　言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC257）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

化妆品中藜芦碱（藜芦定）的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中藜芦碱（藜芦定）的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于面膜、膏霜、乳、水类化妆品中藜芦碱（藜芦定）的测定。

本标准对于藜芦碱（藜芦定）的检出限为50.0 mg/kg，定量限150.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经提取液超声提取、离心，0.45 μm 的滤膜过滤，溶液注入高效液相色谱仪检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 盐酸：优级纯。

4.3 0.1 mol/L 盐酸溶液：量取优级纯盐酸 8.3 mL 加水至 1 L。

4.4 乙酸铵

4.5 提取液：取 0.1 mol/L 盐酸溶液（4.3）1.0 L，再取 1.0 L 甲醇（4.1）混合均匀，经 0.45 μm 滤膜过滤。

4.6 藜芦碱（藜芦定）标准品：纯度不小于 99.0 %，CAS 号、分子式、相对分子量和结构式参见附录 A 表 A.1。

4.7 藜芦碱（藜芦定）标准储备液：准确称取藜芦定标准品 0.01 g（精确到 0.0001 g），于 10.0 mL 的容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度。即得藜芦定溶液浓度为 1000 mg/L 的标准储备液。冰箱-20 ℃保存，一个月内有效。

4.8 标准工作溶液：用提取液（4.5）将上述标准储备液分别配成一系列浓度 2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L、

50 mg/L 和 100 mg/L 的标准工作溶液，现用现配。

4.9　0.1 mol/L 乙酸铵：7.71 g 乙酸铵（4.4）溶解于 1.0 L 水中。

5　仪器和设备

5.1　高效液相色谱仪，配有紫外检测器或者二极管阵列检测器。

5.2　分析天平，感量为 0.0001 g。

5.3　超声振荡器。

5.4　离心机：（转速≥10000 r/min）。

5.5　滤膜：孔径 0.45 μm。

5.6　具塞比色管，10 mL。

5.7　涡旋振荡器。

6　测定步骤

6.1　样品处理

对于化妆水、乳液、膏霜、面膜(面膜贴取面膜液)等化妆品，称取样品约 1.0 g（精确至 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，用提取液（4.5）稀释至刻度，超声浸提 10 min，离心机 10000 r/min 离心 10 min，取上清液经 0.45 μm 滤膜过滤，滤液作为待测样液在色谱条件下进行测定。

6.2　测定条件

高效液相色谱测定参考条件如下：

a) 色谱柱：C_{18} 反相柱，250 mm×4.6 mm（粒径 5 μm），或其他性能相当者；
b) 流动相：甲醇（4.1）：0.1 mol/L乙酸铵（4.4）＝60+40；
c) 流速：1.0 mL/min；
d) 柱温：40 ℃；
e) 检测波长：261 nm；
f) 进样量：10 μL。

6.3　标准工作曲线绘制

按 6.2 色谱条件检测，分别吸取 10 μL 标准工作溶液（4.8）注入高效液相色谱仪，以色谱峰的峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标，进行线性回归得到标准曲线方程。

藜芦碱（藜芦定）标准品的HPLC色谱图参见附录B中的图B.1。

6.4　试样测定

按6.2的色谱条件，取6.1步骤中滤液进样，得到试样溶液的峰面积，根据保留时间和二极管阵列的光谱图定性，藜芦碱（藜芦定）标准品的DAD光谱图见附录B中的图B.2。从标准曲线上查得试样溶液中藜芦碱（藜芦定）的含量。

试样溶液中藜芦碱（藜芦定）的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应将提取液稀释后测定或增加提取溶液的量重新检测。必要时，阳性样品应用其他方法进行确证。

6.5 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

6.6 平行试验

样品中的藜芦碱（藜芦定）标准品的含量应根据两次独立的平行试验结果的平均值确定。

7 结果计算

试样中藜芦碱（藜芦定）含量的计算按公式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

X——样品中藜芦碱（藜芦定）的含量，单位为 mg/kg；

C——从标准曲线查得藜芦碱（藜芦定）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V——样品稀释后的总体积，单位为毫升（mL）；

m——样品质量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。

8 回收率和精密度

在添加浓度50.0 mg/kg～500.0 mg/kg浓度范围内，方法的回收率在90 %～115 %之间，方法的相对标准偏差小于10 %。

9 允许差

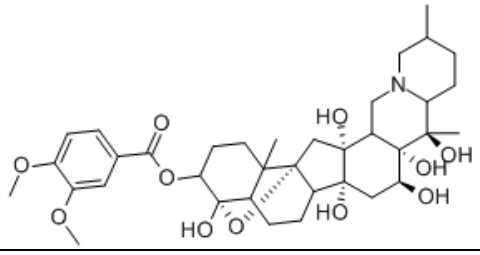
在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10 %。

附 录 A

（资料性附录）

藜芦碱（藜芦定）的CAS号、分子式、相对分子量和结构式

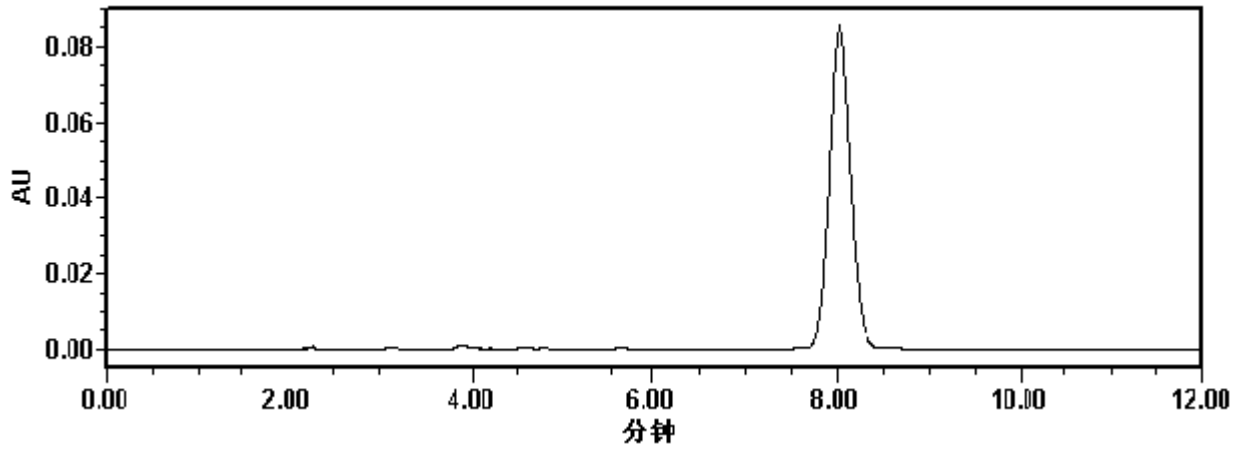
表A.1 藜芦碱（藜卢定）的CAS号、分子式、相对分子量和结构式

中文名称	藜芦定
英文名称	veratrine
CAS号	71-62-5
分子式	C36H51NO11
相对分子量	673.79
结构式	

附 录 B

（资料性附录）

藜芦碱（藜卢定）标准品 HPLC 色谱图和 DAD 光谱图



注：藜芦碱（藜芦定）参考保留时间为8.0 min。

图A.1 藜芦碱（藜芦定）标准品的 HPLC 色谱图

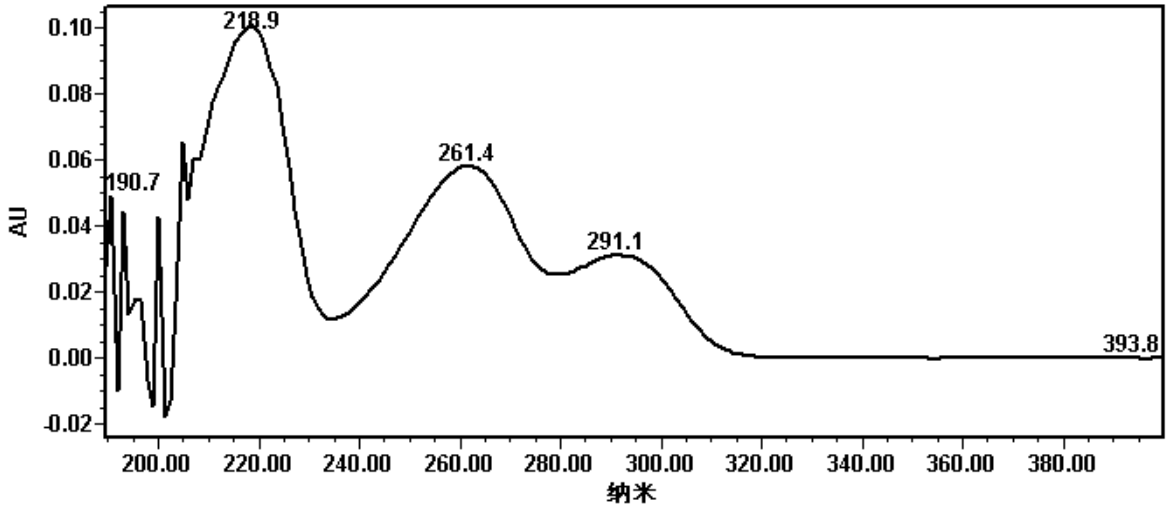


图 B.2 藜芦碱（藜芦定）标准品的 DAD 光谱图