

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2106—2008

进出口化妆品中甲基异噻唑酮及其氯代物的测定 液相色谱法

Determination of methylisothiazolinone and chloromethylisothiazolinone in cosmetics for import and export—Liquid chromatography

2008-07-17 发布

2009-02-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前　　言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中国检验检疫科学研究院工业品所负责起草。

本标准主要起草人:王超、武婷、王星、程艳、林远辉、马强、丁岩、肖海清。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

进出口化妆品中甲基异噻唑酮及其氯代物的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中甲基异噻唑酮(MIT)和氯化甲基异噻唑酮(CIT)的液相色谱测定方法。

本标准适用于皮肤清洁类、皮肤护理类化妆品中甲基异噻唑酮和氯化甲基异噻唑酮的测定。

2 原理

化妆品中的甲基异噻唑酮及其氯代物用甲醇超声提取,离心过滤,采用高效液相色谱技术进行分离、测定。保留时间定性,外标法定量。

3 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为二次去离子水。

3.1 甲醇,色谱纯。

3.2 甲基异噻唑酮(2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮),纯度≥98%。

3.3 氯化甲基异噻唑酮(5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮),纯度≥98%。

3.4 甲基异噻唑酮及其氯代物标准储备混合溶液:分别准确称取甲基异噻唑酮(3.2)0.025 g、氯化甲基异噻唑酮(3.3)0.1 g,精确到0.000 1 g,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。此溶液中甲基异噻唑酮浓度为250 mg/L、氯化甲基异噻唑酮浓度为1 000 mg/L。储备液放在冰箱冷藏保存。

3.5 甲基异噻唑酮及其氯代物标准工作液:移取标准混合储备液(3.4),分别配制成甲基异噻唑酮浓度为0.012 5、0.125、0.25、2.5、12.5、25 mg/L的标准工作溶液,氯化甲基异噻唑酮浓度为0.05、0.50、1.0、10、50、100 mg/L的标准工作液。冰箱冷藏保存。

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 μ L。

4.3 超声波清洗仪。

4.4 离心机,大于6 000 r/min。

4.5 0.45 μ m 有机相过滤膜。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取化妆品试样约0.5 g(精确到0.001 g),置于50 mL具塞锥形瓶中,加入15 mL甲醇,超声提取20 min,将提取液移入20 mL比色管中,用甲醇定容至20 mL,混匀。取约10 mL溶液于离心管中,在6 000 r/min下离心20 min,离心后的上清液经0.45 μ m有机相滤膜过滤,所得滤液供液相色谱测定。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

a) 色谱柱:Kromasil C₁₈,250 mm×4.6 mm(内径),5 μ m或相当者;

- b) 流动相:甲醇+水(25+75,体积比);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 检测波长:276 nm;
- e) 柱温:室温;
- f) 进样量:10 μ L。

5.2.2 标准工作曲线绘制

分别准确吸取标准工作溶液(3.5)10 μL 按浓度由稀至浓顺序注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。甲基异噻唑酮和氯化甲基异噻唑酮的标准物液相色谱图参见附录A。

5.2.3 试样测定

用微量进样器准确吸取 10 μL 试样溶液(5.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。由色谱峰的峰面积可从标准曲线上求出相应的被测物浓度。试样溶液中,甲基异噻唑酮和氯化甲基异噻唑酮的响应值均应在仪器测定的线性范围内。被测物含量高的试样可取适量试样溶液用甲醇稀释后进行测定。

5.3 空白试验

除不称取试样外,按上述步骤进行。

6 结果计算

结果按式(1)计算:

式中：

W——试样中甲基异噻唑酮或氯化甲基异噻唑酮的含量, %;

c——标准工作曲线中查得的样液中甲基异噻唑酮或氯化甲基异噻唑酮的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V——样液最终定容体积,单位为升(L);

m —试样的质量,单位为克(g)。

计算结果精确到 0.001.

7 测定低限

本标准对甲基异噻唑酮(MIT)的测定低限为0.000 05%，对氯化甲基异噻唑酮(CIT)的测定低限为0.000 2%。

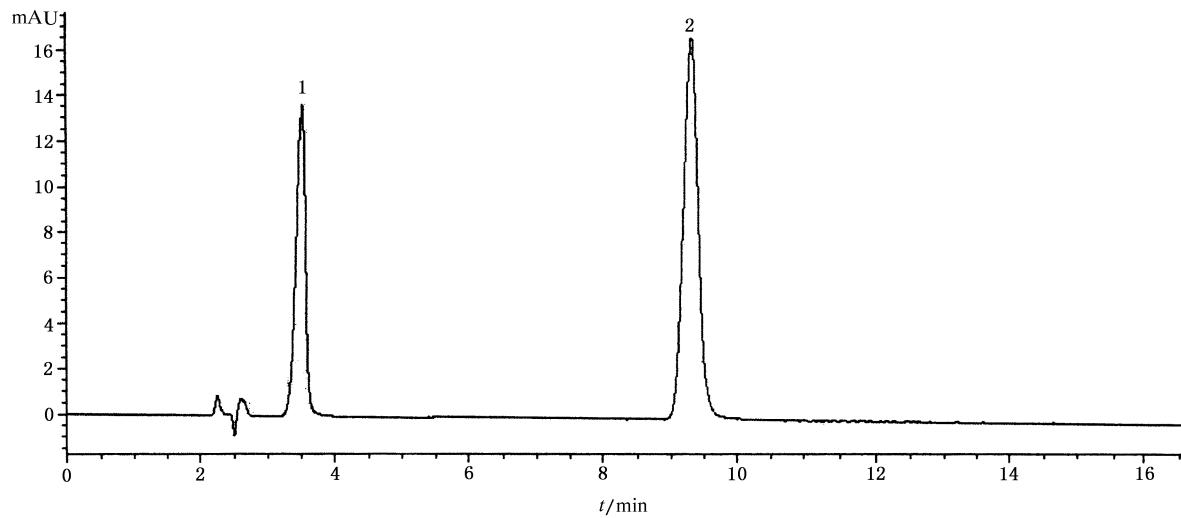
8 回收率与精密度

回收率和精密度见表 1。

表 1 甲基异噻唑酮和氯化甲基异噻唑酮的回收率与精密度

名 称	添加浓度/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
甲基异噻唑酮	0.000 05	84.5	9.4
	0.001	92.4	6.9
	0.01	93.9	2.5
氯化甲基异噻唑酮	0.002	88.3	6.9
	0.004	88.5	5.8
	0.04	92.9	2.9

附录 A
(资料性附录)
标准物质的液相色谱图



1——甲基异噻唑酮(3.3 min)；
2——氯化甲基异噻唑酮(8.8 min)。

图 A.1 甲基异噻唑酮和氯化甲基异噻唑酮的标准物液相色谱图