



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中限用组分二氨基嘧啶氧化物的测定 高效液相色谱法

Determination of restricted 2,4-diamino-pyrimidine-3-oxide in cosmetics—High performance liquid chromatography

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。

本文件起草单位：***。

本文件主要起草人：***。

化妆品中限用组分二氨基嘧啶氧化物的测定 高效液相色谱法

1 警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关规定的条件。范围

本文件描述了化妆品中二氨基嘧啶氧化物的高效液相色谱测定方法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算、回收率和精密度、允许差等内容。

本文件适用于化妆品中二氨基嘧啶氧化物的测定。

本文件方法检出限和定量限：方法检出限为3.0 mg/kg，方法定量限为10.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用10%甲醇溶液分散提取；提取液经离心、过滤后，用高效液相色谱仪测定。根据保留时间和光谱图定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 甲醇：色谱纯。

5.3 乙腈：色谱纯。

5.4 正己烷：色谱纯。

5.5 10%甲醇溶液：准确量取 10 mL 甲醇（5.2）和 90 mL 水，混匀后备用。

5.6 标准品：二氨基嘧啶氧化物标准品的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式见附录 A 表 A.1，纯度不小于 98%。

5.7 标准中间工作溶液：分别准确称取适量标准品（5.6）（精确至 0.1 mg），用甲醇（5.2）配制成质量浓度为 1000 µg/mL 的单标标准贮备液（于 4℃避光保存，可保存 6 个月）。准确移取单标标准储备液 1.0 mL，置于 10 mL 棕色容量瓶中，用甲醇（5.2）定容，制得标准中间工作溶液（100 µg/mL，现配现用）。

5.8 滤膜：孔径为 0.45 µm 的有机系滤膜。

6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪：配有二极管阵列检测器。
- 6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
- 6.3 漩涡振荡器。
- 6.4 超声波清洗仪：工作频率不低于 40 kHz。
- 6.5 离心机：最高转速不低于 4 000 r/min。

7 试验步骤

7.1 试样处理

称取 1 g（精确至 0.001 g）试样，置于 50 mL 离心管中，准确加入 20 mL 10% 甲醇溶液（5.5），涡旋混合混匀，超声 5 min。然后加入 10 mL 正己烷溶液（5.4），涡旋振荡 1 min，4 000 r/min 离心 5 min，下层清液经滤膜过滤后供高效液相色谱仪测定。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱参考工作条件

液相色谱参考工作条件如下：

- a) 色谱柱：AQ C₁₈柱，5 μm，250 mm × 4.6 mm，或性能相当者；
- b) 流动相：甲醇（5.2）：水 = 9：1；
- c) 流速：0.8 mL/min；
- d) 柱温：25℃；
- e) 波长：287 nm；
- f) 进样量：10 μL。

7.2.2 标准工作曲线绘制

用 10% 甲醇溶液（5.5）逐级稀释标准中间工作溶液（5.7），得到 0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 标准工作溶液，按色谱条件（7.2.1）进行测定，以色谱峰的峰面积为纵坐标，与其对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线。

二氨基嘧啶氧化物标准品溶液的高效液相色谱图见附录 B 图 B.1。

7.2.3 试样测定

按色谱条件测定试样溶液（7.1），如果检出目标物质的色谱峰的保留时间与标准品一致，且紫外吸收光谱图与标准品一致，可认定样品中存在目标物质，记录色谱峰的峰面积，以外标法定量。试样溶液中被测物的响应值均应在标准曲线的线性范围之内，超出线性范围的试样溶液可用 10% 甲醇溶液（5.5）适当稀释后进行测定。

二氨基嘧啶氧化物标准品溶液的紫外吸收光谱图见附录 B 图 B.2。

7.3 空白试验

除不称取试样外，均按 7.1～7.2 步骤进行测定。

8 结果计算

二氨基嘧啶氧化物含量按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m \times 10000} \times k \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中被测组分的含量，单位为百分比（%）；

c_i ——从标准曲线得到的试样溶液中被测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——从标准曲线得到的空白样品溶液中被测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——加入10%甲醇溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

k ——超线性范围的稀释倍数。

计算结果大于或等于1.0%时，结果保留三位有效数字；结果小于1.0%时，保留两位有效数字。

9 回收率

在添加浓度为0.001% ~ 1%范围内，回收率在80% ~ 110 %之间。

10 精密度

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

附 录 A
(资料性)

二氨基嘧啶氧化物标准品的信息

二氨基嘧啶氧化物的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量及化学结构式见表A. 1。

表 A. 1 二氨基嘧啶氧化物标准品的信息

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量	化学结构式
1	二氨基嘧啶 氧化物	2,4-Diamino-pyr imidine-3-oxide	74638-76-9	C ₄ H ₆ N ₄ O	126.12	

附录 B
(资料性)

二氨基嘧啶氧化物标准溶液的色谱图和光谱图

二氨基嘧啶氧化物标准溶液的高效液相色谱图见图 B.1

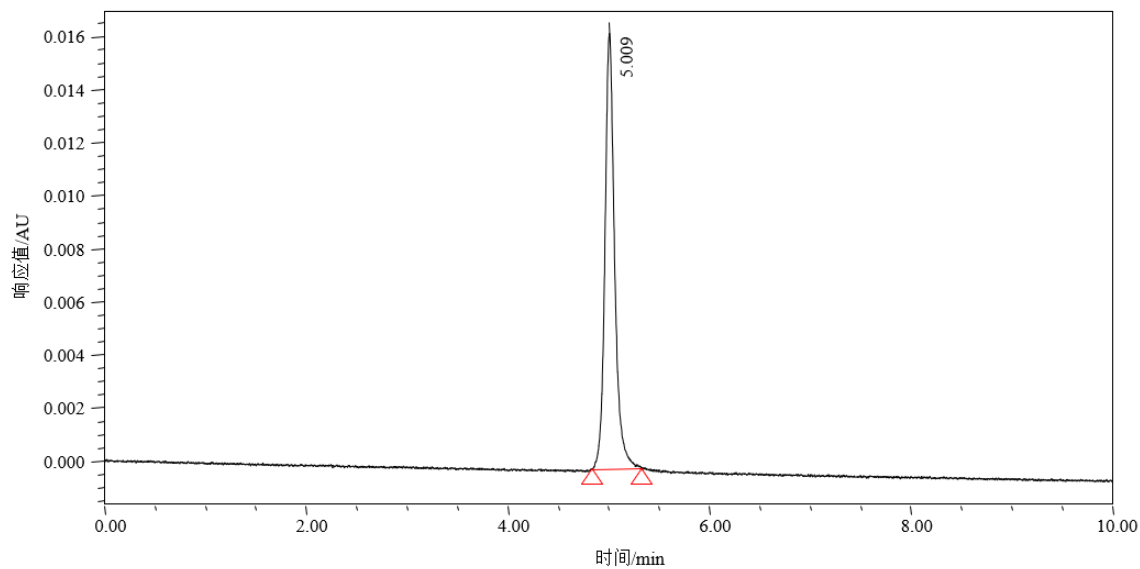


图 B.1 二氨基嘧啶氧化物标准溶液的高效液相色谱图

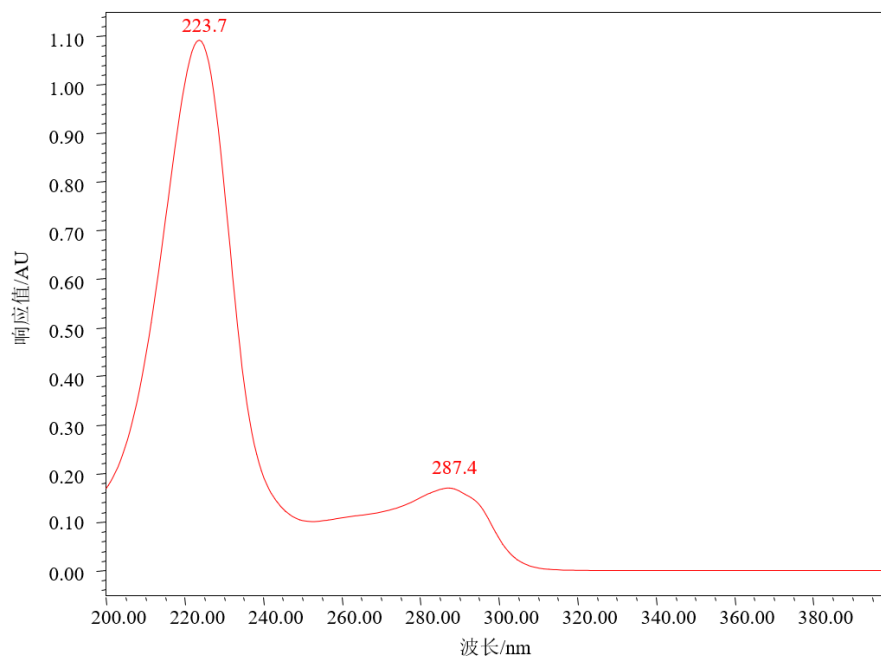


图 B.2 二氨基嘧啶氧化物标准溶液的光谱图