



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4146—2015

化妆品中壬基苯酚的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of nonylphenol in cosmetics—
Liquid chromatography tandem mass spectrometry

2015-02-09 发布

2015-09-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：马强、白桦、李文涛、王超、杨天宇、谢文。

化妆品中壬基苯酚的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中壬基苯酚的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于膏霜、散粉、水剂、唇膏类化妆品中壬基苯酚的测定。

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 方法提要

不同类型的化妆品样品分别用甲醇与二氯甲烷或无水乙醇与二氯甲烷混合溶液进行超声提取,提取液经离心、固相萃取柱净化后,用液相色谱-质谱/质谱法进行测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:LC-MS 级。

4.2 壬基苯酚标准物质:CAS 84852-15-3,纯度大于等于 98%。

4.3 4-*n*-壬基苯酚标准物质:CAS 104-40-5,纯度大于等于 98%。

4.4 壬基苯酚标准储备溶液:准确称取适量壬基苯酚标准物质(精确至 0.1mg),以甲醇配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备溶液,于 4℃避光保存,有效期 3 个月。

4.5 4-*n*-壬基苯酚内标工作溶液:准确称取适量 4-*n*-壬基苯酚标准物质(精确至 0.1 mg),以甲醇配制成浓度为 10 mg/L 的内标工作溶液,于 4℃避光保存,有效期 3 个月。

4.6 微孔滤膜:0.45 μm,聚四氟乙烯材质。

4.7 固相萃取柱:填料为 *N*-乙炔吡咯烷酮-二乙烯基苯胺,200 mg,6 mL,或相当者。使用前依次用 6 mL 甲醇、6 mL 水活化。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱-串联四极杆质谱仪:配有电喷雾离子源。

5.2 超声波水浴。

5.3 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。

5.4 离心机:转速不低于 5 000 r/min。

6 样品制备和储存

- 6.1 测试样品从原始样品中取得。
- 6.2 原始样品出现分层,在取测试样品前应均质化。
- 6.3 制备测试样品所需要的原始样品的量,应满足实验室分析用量。
- 6.4 测试样品一般应在 10℃~25℃、避光条件下保存。
- 6.5 原始样品应按照该产品制造商在产品标签上说明的储存条件加以储存。
- 6.6 原始样品在进入分析实验室前应保持密封完好,不得随意开启。

7 测定步骤

7.1 试样处理

7.1.1 提取

7.1.1.1 膏霜类、散粉类、水剂类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 16 mL 具塞玻璃离心管中,加入 0.15 mL 内标工作溶液(4.5),再加入 10 mL 甲醇与二氯甲烷混合溶液(8+2,体积比),超声提取 30 min,以不低于 5 000 r/min 离心 15 min,取上清液 2 mL,氮气缓慢吹至近干,再用 2 mL 30% 甲醇溶液涡旋溶解,作为待净化液。

7.1.1.2 唇膏类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 16 mL 具塞玻璃离心管中,加入 0.15 mL 内标储备溶液(4.5),再加入 10 mL 无水乙醇与二氯甲烷混合溶液(8+2,体积比),超声提取 30 min,以不低于 5 000 r/min 离心 15 min,取上清液 2 mL,氮气缓慢吹至近干,再用 2 mL 30% 甲醇溶液涡旋溶解,作为待净化液。

7.1.2 净化

将 7.1.1 中的待净化液转移至固相萃取柱(4.7)中。用 3 mL 30% 甲醇溶液洗涤,抽至近干后,6 mL 甲醇-二氯甲烷混合溶液(8+2,体积比)分两次洗脱。所得洗脱液用氮气缓慢吹至近干,用 2 mL 甲醇定容,供液相色谱-串联四极杆质谱测定。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱-质谱/质谱条件

液相色谱-质谱/质谱条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱, 3.5 μm , 150 mm $\times$ 2.1 mm(内径),或相当者;
- b) 流动相: 甲醇(A)和 0.1% 氨水溶液(B),梯度洗脱: 0~2.5 min, 30% A~90% A; 2.5 min~3 min, 90% A~95% A; 3 min~6 min, 95% A; 6 min~8 min, 95% A~30% A;
- c) 流速: 0.25 mL/min;
- d) 柱温: 30℃;
- e) 进样量: 5 μL ;
- f) 电离方式: 电喷雾电离,负离子;
- g) 毛细管电压: 1.5 kV;
- h) 萃取电压: 3.0V;

- i) 射频透镜电压:0.5 V;
- j) 离子源温度:150 ℃;
- k) 脱溶剂气:氮气,流速 500 L/h,温度 450 ℃;
- l) 锥孔气:氮气,流速 50 L/h;
- m) 扫描方式:多反应监测(MRM),定性离子对、定量离子对、锥孔电压和碰撞气能量见表 1。

表 1 壬基苯酚及其内标物质的定性离子对、定量离子对、锥孔电压和碰撞气能量

化合物名称	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	锥孔电压 V	碰撞能量 eV
壬基苯酚	219.1/133.0	219.1/147.0	36	32
	219.1/147.0			25
4- <i>n</i> -壬基苯酚 (内标物质)	219.1/106.0	219.1/106.0	38	32
	219.1/119.0			22

7.2.2 标准工作曲线的绘制

用甲醇将标准储备溶液(4.4)逐级稀释得到的浓度为 10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、250 μg/L、500 μg/L 的标准工作溶液(内标溶液浓度均为 150 μg/L),浓度由低到高进样检测,以定量离子峰面积比-浓度作图,得到标准曲线回归方程。壬基苯酚标准品和内标物质的选择离子色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

7.2.3 定量测定

待测样液中壬基苯酚的响应值应在标准曲线线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。

7.2.4 定性判定

按照上述条件测定试样和标准工作溶液,如果试样中的质量色谱峰保留时间与标准工作溶液一致(变化范围在±2.5%之内);样品中目标化合物的两个子离子的相对丰度与浓度相当标准溶液的相对丰度一致,相对丰度偏差不得超过表 2 的规定,则可判断样品中存在壬基苯酚。

表 2 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.3 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留两位小数:

$$w = \frac{c \times V}{m} \times 5 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——化妆品中壬基苯酚的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——从标准工作曲线上查出的试样溶液中壬基苯酚的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

9 测定低限

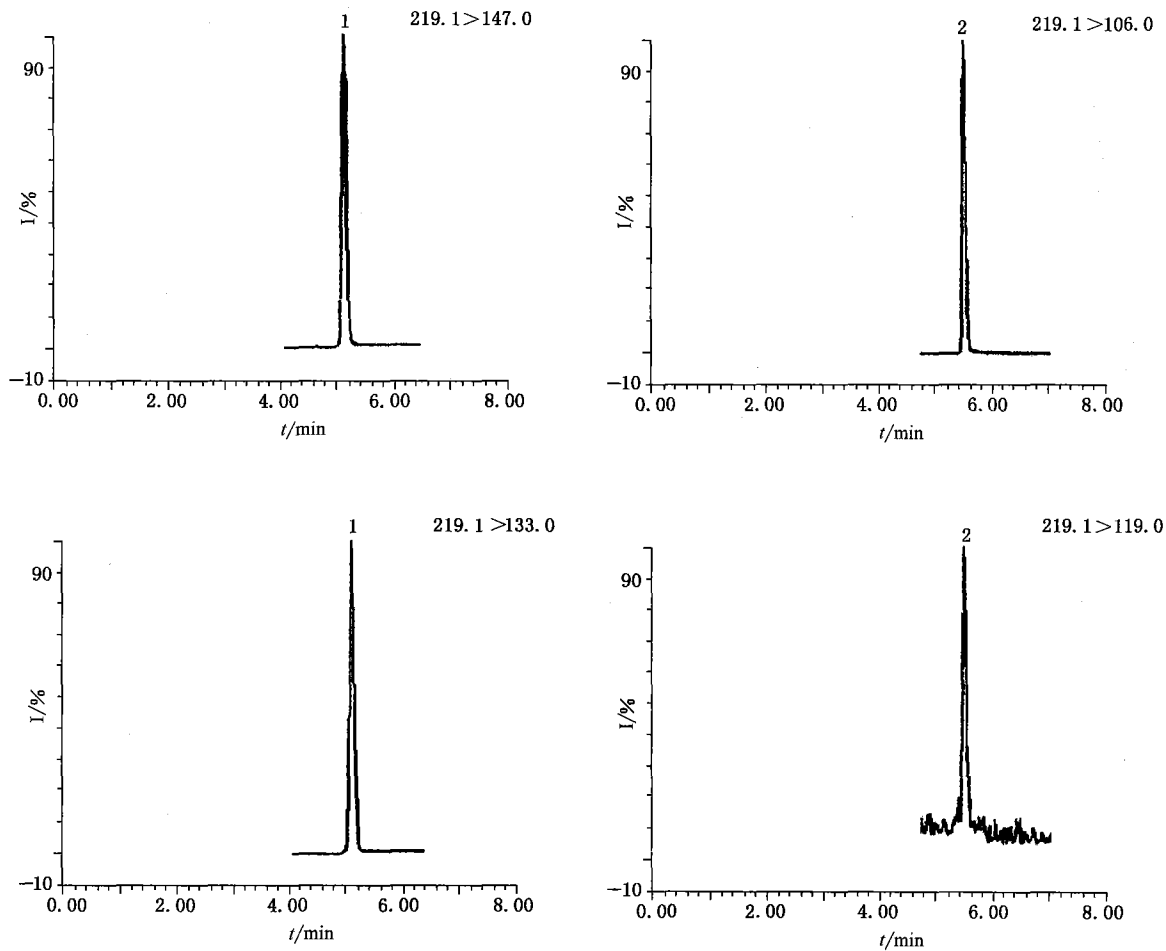
本方法对壬基苯酚的测定低限为 0.2 mg/kg。

10 回收率和精密度

本方法对膏霜类化妆品中壬基苯酚的回收率为 84.1%~101.8%,相对标准偏差为 2.90%~4.38%;水剂类化妆品中壬基苯酚的回收率为 83.6%~103.2%,相对标准偏差为 3.64%~6.82%;散粉类化妆品中壬基苯酚的回收率为 83.9%~103.3%,相对标准偏差为 3.99%~5.41%;唇膏类化妆品中壬基苯酚的回收率为 84.2%~104.2%,相对标准偏差为 3.46%~4.98%。

附录 A
(资料性附录)

壬基苯酚标准品和内标物质的选择离子色谱图



说明:

- 1——壬基苯酚;
2——4-*n*-壬基苯酚(内标物质)。

图 A.1 壬基苯酚标准品和内标物质的选择离子色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
化妆品中壬基苯酚的测定
液相色谱-质谱/质谱法
SN/T 4146—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533
网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2016年1月第一版 2016年1月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 · 2-29597 定价 16.00 元



SN/T 4146—2015