

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1784—2006

进出口化妆品中二噁烷残留量的测定 气相色谱串联质谱法

Determination of dioxane residues in cosmetics for import and export —
Gas chromatography-mass spectrometry method

2006-04-25 发布

2006-11-15 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准附录 A、附录 B 均为资料性附录。

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负责起草。

本标准主要起草人：王超、季美琴、王星、郝楠、蔡天培。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口化妆品中二噁烷残留量的测定

气相色谱串联质谱法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质谱法测定化妆品中二噁烷残留量的方法。

本标准适用于化妆品中二噁烷残留量的测定。

本标准二噁烷的测定低限:2.5 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)(所有部分)

3 原理

试样在顶空瓶中经过加热提取后,用气相色谱-质谱(GC/MSD)法测定,外标法定量,采用选择离子检测进行确定。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水。

4.1 二噁烷:纯度 98%。

4.2 二噁烷标准储备液:准确称取适量的二噁烷标准品(准确至 0.000 1 g)。用水配置成浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。储备液储存在 4℃ 冰箱中,可使用 2 个月。

4.3 二噁烷标准工作溶液:用甲醇将上述(4.2)储备液分别配成二噁烷浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作溶液,在 4℃ 保存,可使用 1 周。

5 仪器

5.1 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。

5.2 顶空进样器。

5.3 顶空瓶:20 mL。

5.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.5 超声波清洗仪。

6 测定步骤

6.1 样品处理

准确称取混匀样品 2.0 g,精确至 0.001 g,置于顶空进样瓶中,加入 1 g 氯化钠固体,加入 8 mL 蒸馏水,密封后轻轻摇匀,置于顶空进样器中,在 70℃ 下平衡 40 min。取气液平衡后的上部气体 1 mL,进入气相色谱-质谱检测。

6.2 测定

6.2.1 顶空进样器条件

- a) 汽化室温度:70℃;定量管温度:150℃;传输线温度:200℃;
- b) 振荡情况:振荡 5 min;
- c) 汽液平衡时间:40 min;进样时间:1 min。

6.2.2 气相色谱-质谱(GC/MSD)条件

- a) 色谱柱:HP-5 毛细管柱[30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm]或相当者;
- b) 色谱柱温度:30℃(5 min) $\xrightarrow{50^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 100℃(2 min);
- c) 进样口温度:210℃;
- d) 色谱-质谱接口温度:280℃;
- e) 载气:氦气,纯度≥99.999%,1.0 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 测定方式:选择离子监测方式(SIM);
- i) 进样方式:分流进样,分流比为 10:1;
- j) 进样量:1.0 mL;
- k) 选择监测离子(m/z)见表 1。

表 1

检测离子(m/z)	离子比/(%)	允许相对偏差/(%)
88	100	
58	79	±20
43	31	±25

6.2.3 定性测定

用气相色谱-质谱仪进行样品定性测定,进行样品测定时,如果检出的色谱峰的保留时间与标准品相一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子比与标准样品的离子比相一致,则可判断样品中存在二噁烷。

6.2.4 定量测定

用配制的标准工作溶液(4.3)分别进样,绘制峰面积对标准溶液浓度的七点标准工作曲线,用标准曲线对样品进行定量,样品溶液中二噁烷的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件(6.2.2)下,二噁烷的参考保留时间约为 3.6 min。二噁烷标准物质总离子流图及质谱图参见附录 A 中的图 A.1、图 A.2。二噁烷的添加浓度及其平均回收率的试验数据参见附录 B。

6.3 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

6.4 空白试样

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

7 计算结果

试样中二噁烷的残留含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{A_i \cdot V_i}{m}$$

.....(1)

式中:

X_i ——试样中二噁烷的残留质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——标准曲线查得的二噁烷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 V_i ——样品稀释总体积,单位为毫升(mL);
 m ——样品质量,单位为克(g)。

8 精密度

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379 的规定确定的,其重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算。

8.1 重复性

在重复性条件下,化妆品中二噁烷的含量在 2.5 mg/kg ~50 mg/kg 范围内,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),本部分的重复性限按式(2)计算:

$$r = 0.040\ 1\ m + 0.247\ 8 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——二噁烷测定值的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)。

如果差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

8.2 再现性

在再现性条件下,化妆品中二噁烷的含量在 2.5 mg/kg ~50 mg/kg 范围内,获得的两次独立测试结果差值不超过再现性限(R),本部分的再现性限按式(3)计算:

$$R = 0.042\ 0\ m + 0.240\ 8 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m ——二噁烷测定值的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)。

附录 A
(资料性附录)

二噁烷标准物 GC/MS 总离子流图

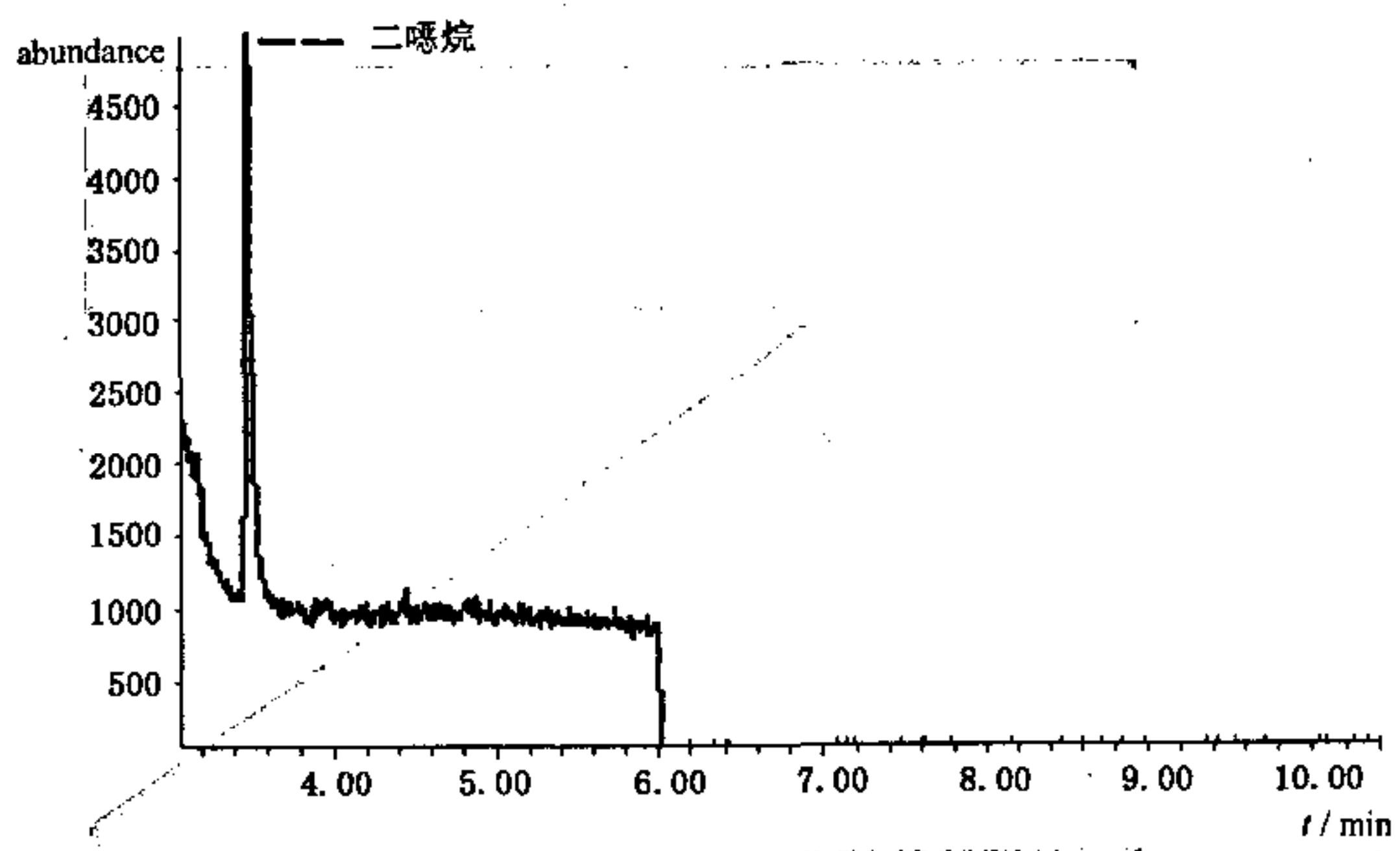


图 A.1 二噁烷标准品的 GC/MS 总离子流图

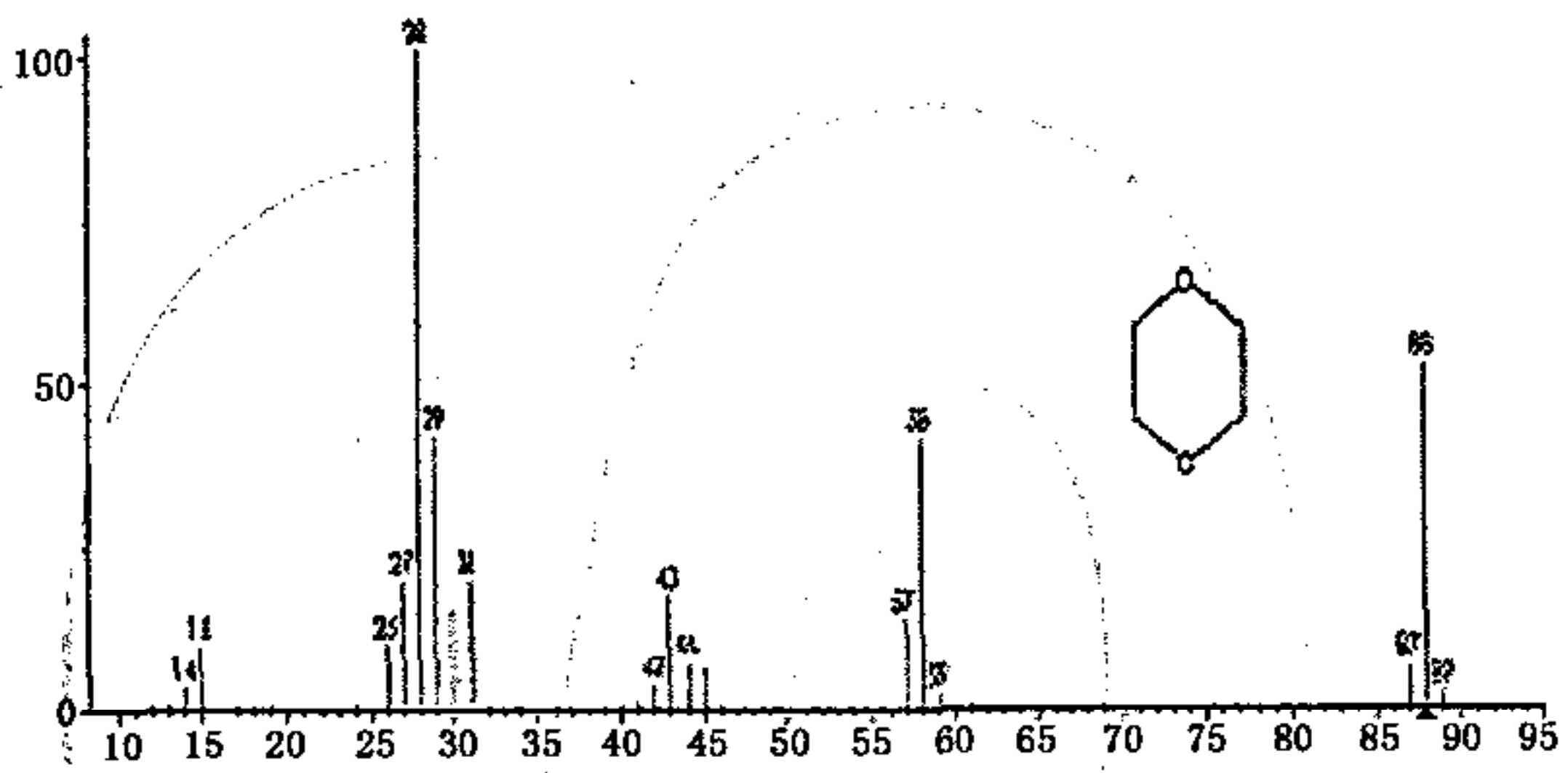


图 A.2 二噁烷的质谱图

附 录 B
(资料性附录)
回 收 率

化妆品中二噁烷添加浓度及平均回收率的试验数据:

- 在添加量为 2.5 mg/kg 时,回收率为 84%;
 - 在添加量为 5.0 mg/kg 时,回收率为 92.7%;
 - 在添加量为 50 mg/kg 时,回收率为 99.6%。
-

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口化妆品中二噁烷残留量的测定
气相色谱串联质谱法

SN/T 1784—2006

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcbs.com

电话:68523946 68517548

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 10 千字

2006 年 8 月第一版 2006 年 8 月第一次印刷

印数 1—2 000

*



SN/T 1784-2006