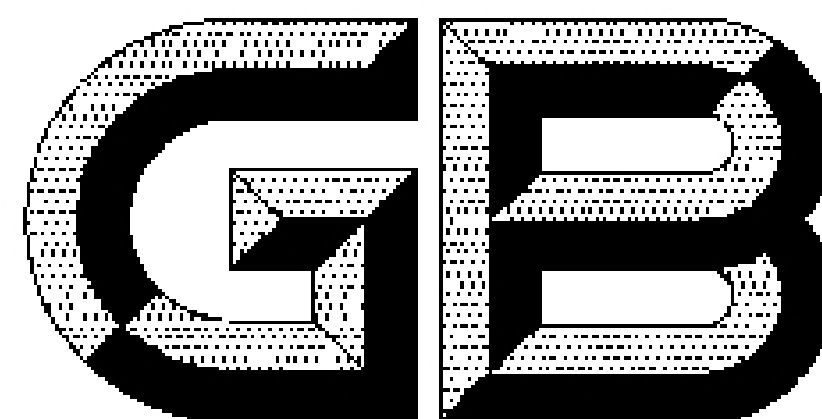




中华人民共和国国家标准

GB/T 29674—2013

化妆品中氯胺 T 的测定 高效液相色谱法

Determination of chloramine T in cosmetics—
High performance liquid chromatography

2013-09-06 发布

2014-02-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人：王超、马强、王星、张庆、席广成、席海为、于红梅、丁岚、武晓剑、沈敏。



化妆品中氯胺 T 的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中氯胺 T 的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于膏霜、水剂、散粉、香波、牙膏类化妆品中氯胺 T 的测定。

本标准不适用于添加了对甲苯磺酰胺的产品。

本标准对于氯胺 T 的检出限为 8.0 mg/kg,定量限为 16.5 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

用盐酸水溶液超声提取并水解化妆品中的氯胺 T 为对甲苯磺酰胺,提取液经乙醚液-液萃取,用高效液相色谱法测定对甲苯磺酰,外标法定量,液相色谱-质谱确认。

4 试剂和材料

除非另有规定,所用试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱级。

4.2 甲醇:色谱级。

4.3 氯胺 T 标准物质:分子式 $C_7H_7ClNNaO_2S$,CAS 号 127-65-1,纯度不小于 99%,结构式参见附录 A 的图 A.1。

4.4 对甲苯磺酰胺标准物质:分子式 $C_7H_9NO_2S$,CAS 号 70-55-3,纯度不小于 99%,结构式参见图 A.2。

4.5 氯胺 T 标准储备溶液:准确称取适量氯胺 T 标准物质(精确至 0.1 mg),以甲醇(4.2)配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,可使用三个月。

4.6 对甲苯磺酰胺标准储备溶液:准确称取适量对甲苯磺酰胺标准物质(精确至 0.1 mg),以甲醇(4.2)配制成浓度为 1 000 mg/L 的储备溶液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,可使用三个月。

4.7 乙醚。

4.8 盐酸。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱(HPLC)仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 液相色谱-质谱/质谱(LC-MS/MS)仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

5.3 超声波水浴:具备温度控制功能。

5.4 旋转蒸发仪。

5.5 氮吹仪。

5.6 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。

5.7 微孔滤膜:0.45 μm ,有机相。

6 测定步骤

6.1 样品处理

称取 1 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞塑料离心管中,加入 10 mL 盐酸水混合溶液(4+6,体积比),在 50 $^{\circ}\text{C}$ 下,超声提取 25 min,提取液转移至分液漏斗中,用 20 mL 乙醚萃取,重复萃取 3 次,合并乙醚萃取液减压浓缩至 5 mL,再用氮气缓慢吹至近干,用 10 mL 乙腈水混合溶液(3+7,体积比)涡旋溶解,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液作为待测样液。

6.2 测定条件

高效液相色谱测定的参考条件如下:

- a) 色谱柱:Extend C_{18} , 5 μm , 250 mm $\times$ 4.6 mm(内径),或相当者;
- b) 流动相:乙腈水混合溶液(31+69,体积比),等度洗脱;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测波长:224 nm;
- f) 进样量:10 μL 。

6.3 标准曲线的绘制

用甲醇(4.2)将对甲苯磺酰胺标准储备溶液(4.6)逐级稀释得到的浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 、300 $\mu\text{g/mL}$ 、500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液,按 6.2 的测定条件浓度由低到高进样测定,以峰面积-浓度作图,得到标准曲线回归方程。

对甲苯磺酰胺标准品色谱图参见附录 B 中的图 B.1,标准品紫外吸收光谱图参见图 B.2。

注:可用氯胺 T 标准物质(4.3)依照 6.1 样品处理的步骤进行水解代替对甲苯磺酰胺,绘制标准曲线。

6.4 测定

按 6.2 的测定条件对待测样液进行测定,如果检出对甲苯磺酰胺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色谱图中,该物质的紫外吸收光谱图与标准品一致,则可初步认定样品中存在对甲苯磺酰胺,用外标法定量。待测样液中对甲苯磺酰胺的响应值应在标准曲线的线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。如采用紫外检测器,阳性样品需用液相色谱-质谱进行确认试验(参见附录 C)。

6.5 空白试验

除不称取样品外,均按上述测定条件和步骤进行。

7 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留两位小数,计算结果应扣除空白值:

$$w_i = \frac{c_i \times V \times 227.64}{m \times 171.22} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_i ——试样中被测氯胺 T 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——从标准工作曲线上查出的样液中对甲苯磺酰胺的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 227.64——氯胺 T 的相对分子质量;
- 171.22——对甲苯磺酰胺的相对分子质量。

8 检出限和定量限

氯胺 T 的检出限为 8.0 mg/kg,定量限为 16.5 mg/kg。

9 回收率和精密度

在添加浓度 80 mg/kg~2 000 mg/kg 的范围内,回收率在 83.1%~103.0%之间,相对标准偏差在 1.0%~5.7%。

10 允许差

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
(资料性附录)

氯胺 T 和对甲苯磺酰胺标准品的结构式

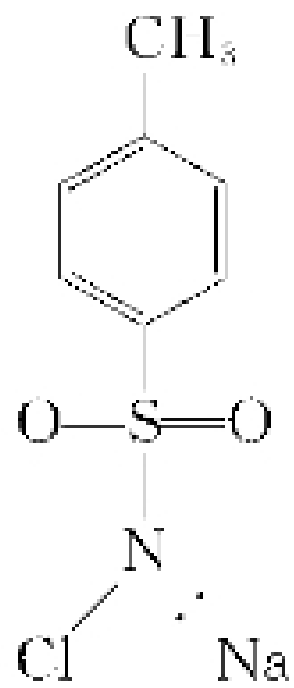


图 A.1 氯胺 T 标准品的结构式

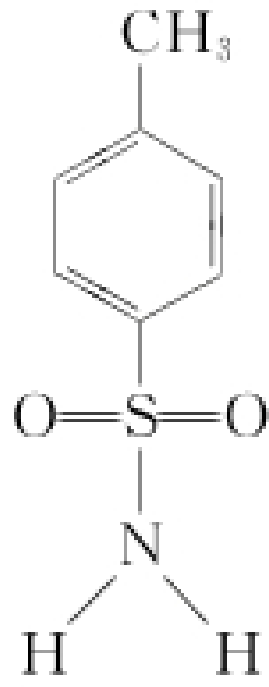


图 A.2 对甲苯磺酰胺标准品的结构式

附录 B

(资料性附录)

对甲苯磺酰胺标准品的高效液相色谱图和紫外吸收光谱图

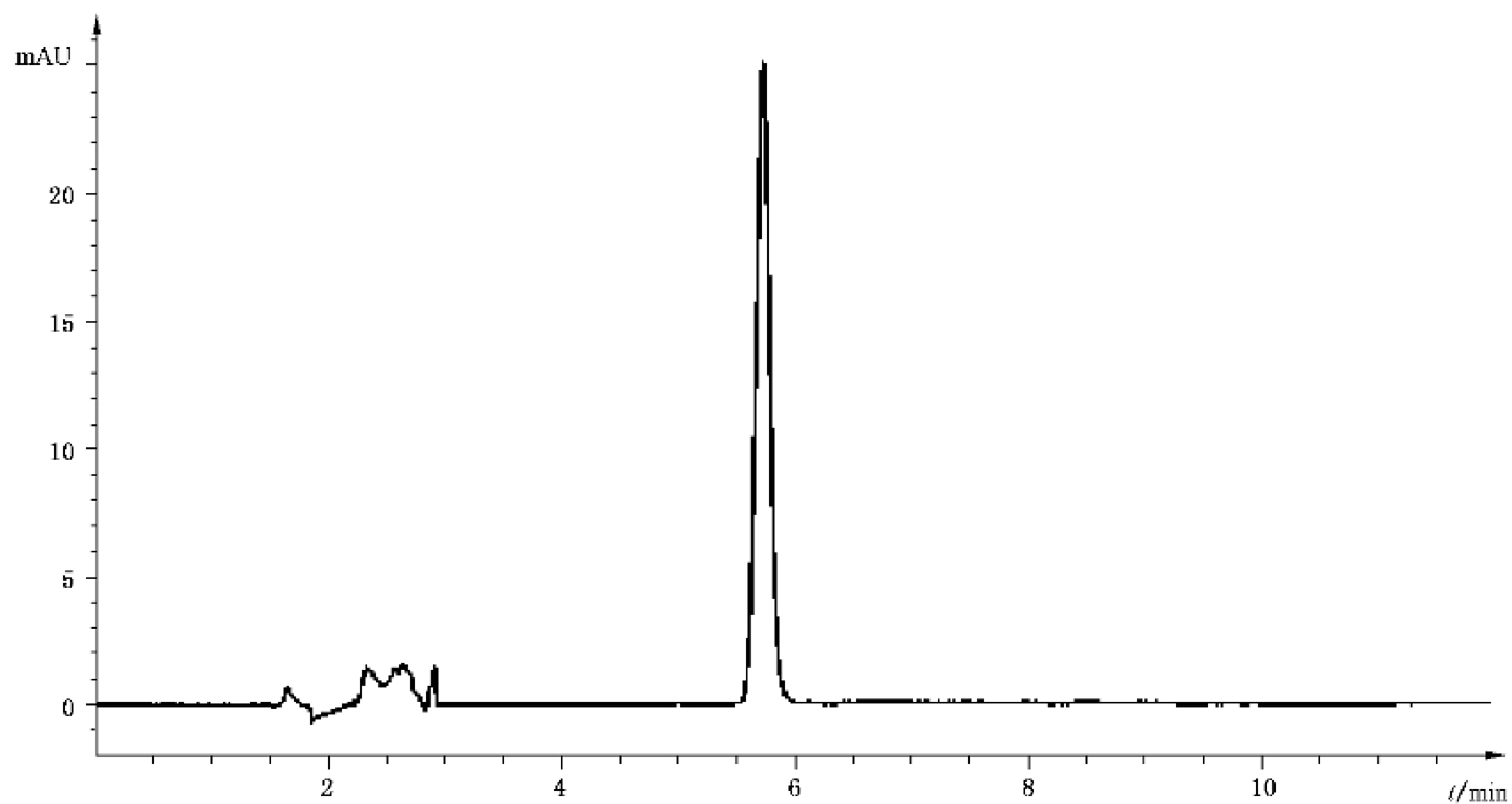


图 B.1 对甲苯磺酰胺标准品的高效液相色谱图

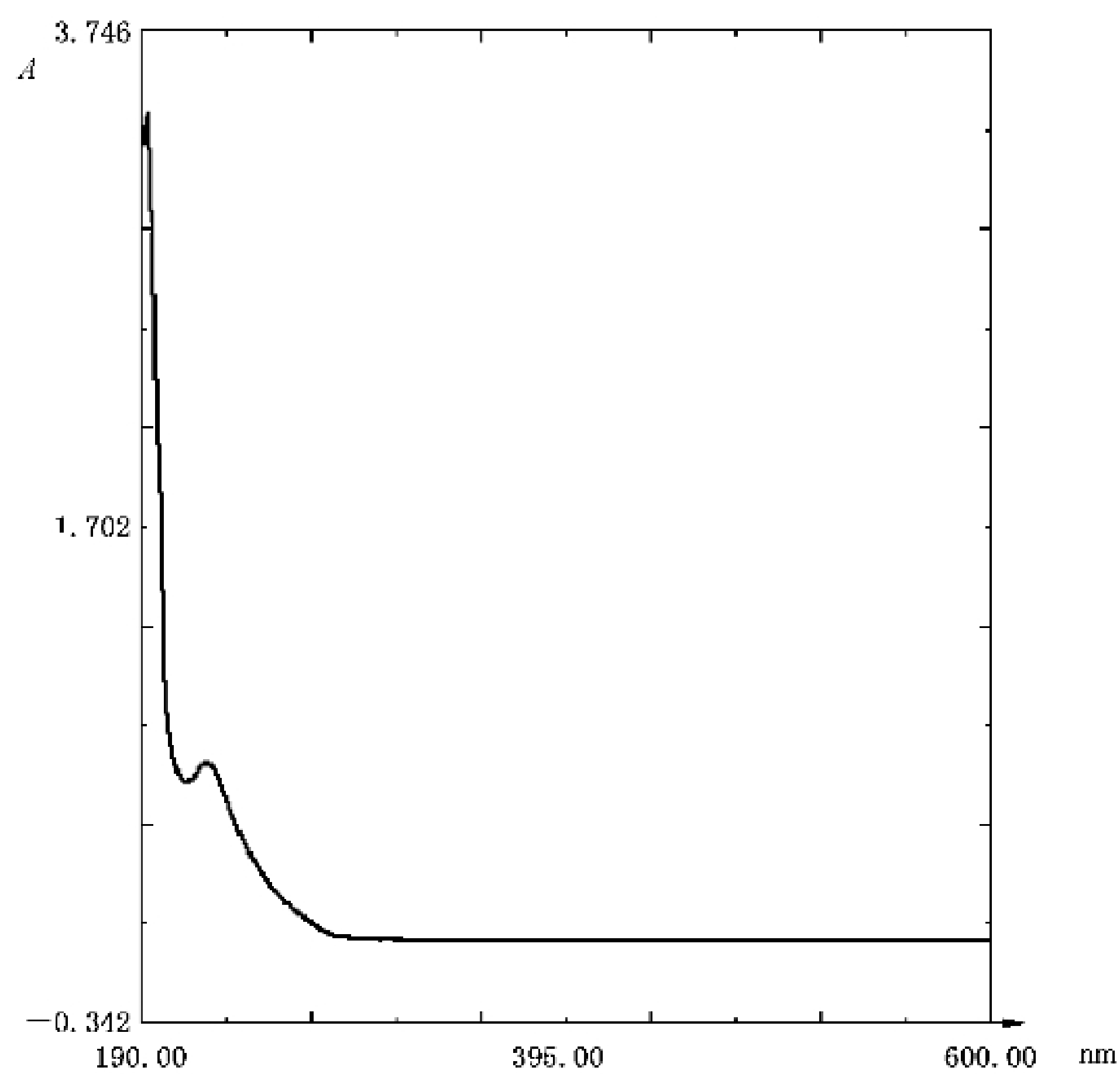


图 B.2 对甲苯磺酰胺标准品的紫外吸收光谱图

附 录 C
(资料性附录)
确认试验

C.1 液相色谱条件

液相色谱测定的参考条件如下：

- a) 色谱柱:Poroshell C₁₈柱,100 mm×4.6 mm(内径),2.7 μm(粒径),或相当者；
- b) 流动相:甲醇(A)和水溶液(B);0~7 min,30% A~90% A;7~9 min,30% A；
- c) 流速:0.5 mL/min；
- d) 柱温:30 ℃；
- e) 进样量:5 μL。

C.2 质谱条件

质谱测定的参考条件如下：

- a) 电离方式:电喷雾电离,正离子；
- b) 毛细管电压:3.0 kV；
- c) 萃取电压:1.0 V；
- d) 射频透镜电压:0.5 V；
- e) 离子源温度:150 ℃；
- f) 脱溶剂气:氮气,流速 800 L/h,温度 400 ℃；
- g) 锥孔气:氮气,流速 50 L/h；
- h) 碰撞气:氩气；
- i) 扫描模式: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、相对丰度和允许偏差见表 C.1。

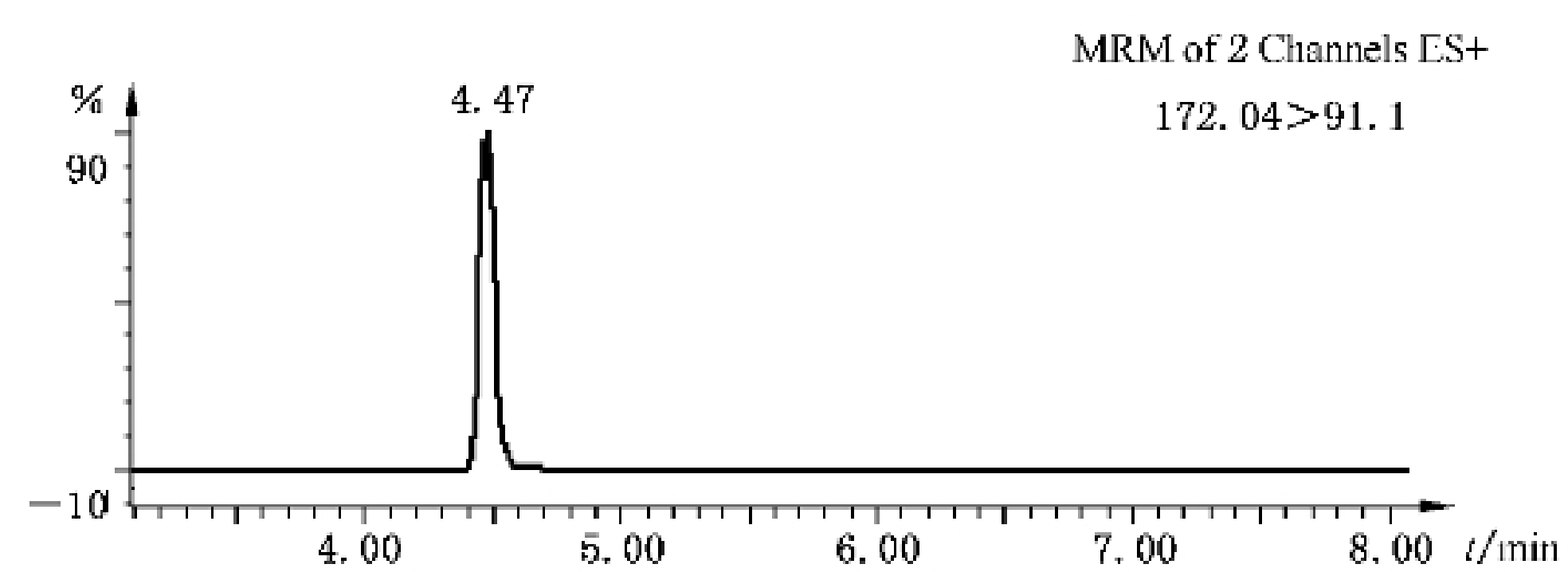
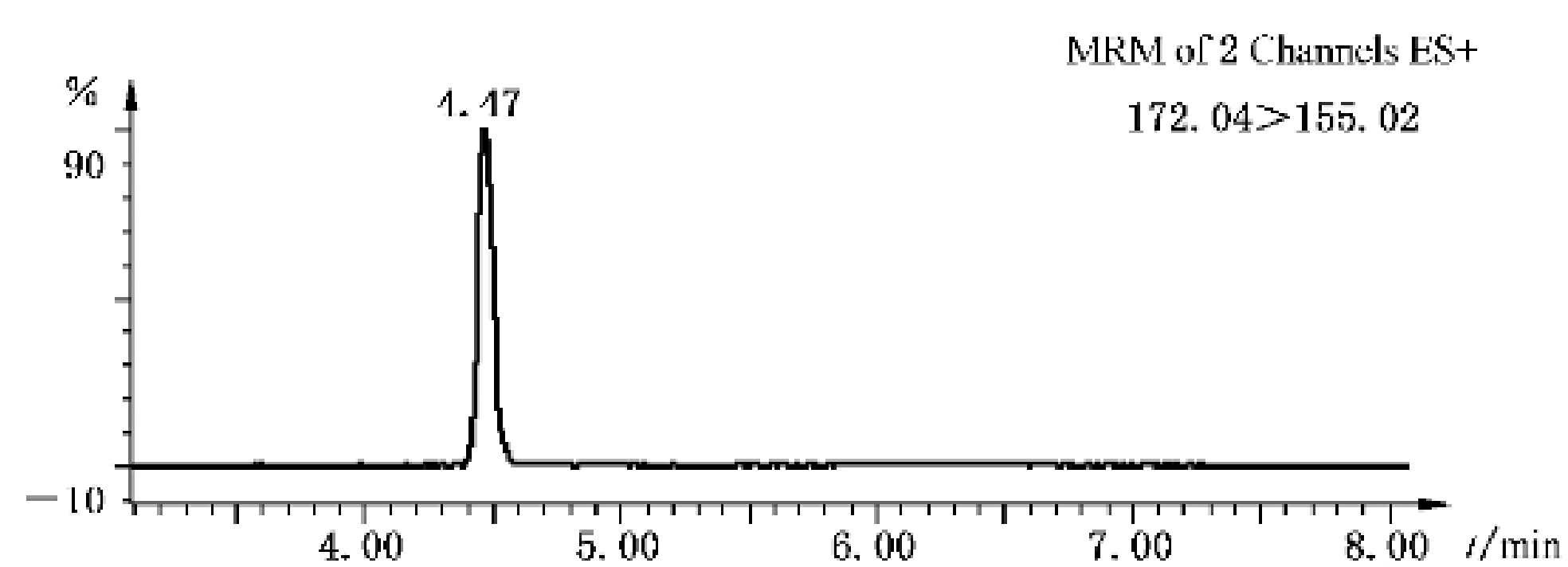
表 C.1 对甲苯磺酰胺的定性离子对、定量离子对、锥孔电压、碰撞气能量、相对丰度和允许偏差

中文名称	英文名称	定性离子对 (<i>m/z</i>)	定量离子对 (<i>m/z</i>)	锥孔电 压/V	碰撞气能 量/eV	相对丰 度/%	允许偏 差/%
对甲苯磺 酰胺	<i>p</i> -toluenesulfonamide	172.0/91.1	172.0/91.1	26	16	100	±25
		172.0/155.0			8	32	

C.3 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,相对丰度偏差不超过表 C.1 的规定,则可判断样品中存在对氯胺 T。

对甲苯磺酰胺的选择离子质量色谱图见图 C.1。



SAC

图 C.1 对甲苯磺酰胺的选择离子质量色谱图