



中华人民共和国国家标准

GB/T 40950—2021

化妆品中烷基($C_{12} \sim C_{22}$)三甲基铵盐的测定 高效液相色谱串联质谱法

Determination of alkyl ($C_{12} \sim C_{22}$) trimethyl ammonium salt in cosmetics—
High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

2021-11-26 发布

2022-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本文件起草单位：广州质量监督检测研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、花安堂生物科技集团有限公司、水羊集团股份有限公司、完美(广东)日用品有限公司、广州锦同生物科技有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司。

本文件主要起草人：王继才、吴钟玲、熊小婷、夏泽敏、谭建华、汪毅、李露、梁文耀、王亚茹、谭焯针、孙剑、席绍峰、孟杰、朱思阳、戴跃锋、黄瑞娟、吴凯华、孔令超、郑存哲。

化妆品中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的测定

高效液相色谱串联质谱法

1 范围

本文件规定了高效液相色谱串联质谱法测定化妆品中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的原理、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算、回收率与精密度、允许差。

本文件适用于水剂、乳液、膏霜(蜡基类除外)驻留类和淋洗类化妆品中十二烷基三甲基铵盐、十四烷基三甲基铵盐、十六烷基三甲基铵盐、十八烷基三甲基铵盐、二十二烷基三甲基铵盐(烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐)的测定。

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

试样经甲醇提取,用高效液相色谱串联质谱仪测定,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用色谱纯试剂。

- 5.1 水:GB/T 6682,一级。
- 5.2 甲醇。
- 5.3 乙腈。
- 5.4 甲酸。
- 5.5 乙酸铵:分析纯。
- 5.6 10 mmol/L 乙酸铵水溶液(含 0.1%甲酸):准确称取 0.771 g 乙酸铵(5.5),加入 1 mL 甲酸(5.4),用水(5.1)溶解并定容至 1 000 mL,混匀备用。
- 5.7 0.1%甲酸乙腈溶液:准确移取 1 mL 甲酸(5.4)于 1 000 mL 容量瓶中,用乙腈(5.3)定容至刻度,混匀备用。
- 5.8 标准物质:纯度均大于或等于 95%。十二烷基三甲基氯化铵、十四烷基三甲基氯化铵、十六烷基三甲基氯化铵、十八烷基三甲基氯化铵、二十二烷基三甲基氯化铵,或者上述物质的溴化铵盐,相关信息见附录 A 中表 A.1。

- 5.9 标准储备溶液,1 000 $\mu\text{g/mL}$:准确称取适量(精确至 0.000 1 g)各标准物质(5.8),分别用甲醇(5.2)溶解并定容至 10 mL,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下冷藏保存。
- 5.10 混合标准储备溶液,10.0 $\mu\text{g/mL}$:分别准确移取标准储备溶液(5.9)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(5.2)定容,配制成质量浓度为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准储备溶液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下冷藏保存。
- 5.11 混合标准中间溶液,1.00 $\mu\text{g/mL}$:准确移取混合标准储备溶液(5.10)1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,用甲醇(5.2)定容,配制成质量浓度为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准中间溶液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下冷藏保存。
- 5.12 混合标准工作溶液:分别准确移取混合标准中间溶液(5.11)100 μL 、200 μL 、500 μL 、800 μL 和 1 000 μL 于 10 mL 容量瓶中,用甲醇(5.2)定容,配制成质量浓度分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、80.0 $\mu\text{g/L}$ 和 100.0 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准工作溶液。
- 5.13 有机滤膜:孔径 0.22 μm ,材质为尼龙。

6 仪器设备

- 6.1 液相色谱串联质谱仪(LC-MS/MS):配电喷雾离子源(ESI)。
- 6.2 分析天平:感量为 0.001 g、0.000 1 g。
- 6.3 涡旋振荡器。
- 6.4 超声波清洗仪:功率不低于 250 W。

7 测定步骤

7.1 试样制备

称取试样约 0.25 g(精确至 0.001 g)于 25 mL 具塞比色管中,加入约 20 mL 甲醇(5.2),涡旋 30 s,超声提取 20 min,静置冷却至室温,用甲醇(5.2)定容至刻度,混匀。取此样液 1 mL,用甲醇(5.2)稀释至 10 mL,混匀,经有机滤膜(5.13)过滤,滤液供高效液相色谱串联质谱仪测定。

7.2 测定条件

7.2.1 液相色谱条件

由于实验室仪器设备的多样性,因此不可能给出分析条件的普遍参数,采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,100 mm $\times$ 2.1 mm(内径),1.7 μm ,或相当者;
- b) 流动相:A 为 10 mmol/L 乙酸铵水溶液(含 0.1%甲酸),B 为 0.1%甲酸乙腈溶液,梯度洗脱,梯度洗脱程序见表 1;
- c) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样体积:2 μL 。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

时间 min	流速 mL/min	流动相 A %	流动相 B %
0	0.3	40	60
7	0.3	25	75
8	0.3	5	95
13	0.3	5	95

表 1 液相色谱梯度洗脱程序（续）

时间 min	流速 mL/min	流动相 A %	流动相 B %
13.1	0.3	40	60
16	0.3	40	60

7.2.2 质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出分析条件的普遍参数，采用下列操作条件已被证明对测试是合适的：

- a) 电离方式：电喷雾电离，正离子模式；
- b) 喷雾电压：5 000 V；
- c) 干燥气压力：0.45 MPa；
- d) 气帘气压力：0.2 MPa；
- e) 碰撞气压力：0.06 MPa；
- f) 离子源温度：600 ℃；
- g) 扫描模式：多反应监测（MRM）模式，五种烷基（C₁₂～C₂₂）三甲基铵盐的质谱参数见表 2。

表 2 五种烷基（C₁₂～C₂₂）三甲基铵盐的质谱参数

序号	化合物名称	母离子 <i>m/z</i>	定性离子 <i>m/z</i>	定量离子 <i>m/z</i>	碰撞电压 V	去簇电压 V
1	十二烷基三甲基铵盐	228.3	60.1	60.1	55	80
			57.1		28	
2	十四烷基三甲基铵盐	256.3	60.1	60.1	61	80
			57.1		32	
3	十六烷基三甲基铵盐	284.3	60.1	60.1	73	80
			57.1		36	
4	十八烷基三甲基铵盐	312.4	60.1	60.1	70	80
			57.1		55	
5	二十二烷基三甲基铵盐	368.5	60.1	60.1	75	80
			57.1		65	

7.3 定性测定

取试样溶液与混合标准工作溶液在相同试验条件下测定，试样溶液中待测组分的保留时间与标准溶液中对对应组分的保留时间一致（偏差在±2.5%之内），且定性离子的相对丰度与质量浓度接近的标准溶液中对对应组分的定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过表 3 规定的范围，即可判定试样中存在该组分。

五种烷基（C₁₂～C₂₂）三甲基铵盐的 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图见附录 B。

表 3 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

相对离子丰度 k %	允许的最大偏差 %
$k > 50$	±20
$50 \geq k > 20$	±25
$20 \geq k > 10$	±30
$k \leq 10$	±50

7.4 定量测定

取试样溶液与混合标准工作溶液在相同试验条件下测定,以标准溶液质量浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,根据峰面积对应标准工作曲线上的溶液质量浓度定量。试样溶液中待测组分的响应值应在标准工作曲线的线性范围内,超过线性范围则应稀释后测定。

7.5 空白试验

除不加入试样外,均按 7.1~7.4 进行测定。

7.6 检出限和定量限

本方法在取样量为 0.25 g 时,对于烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的方法检出限均为 3.0 μg/g,定量限均为 10.0 μg/g。

8 结果计算



试样中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的含量按式(1)计算获得:

$$\omega_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times M_i \times f}{1\,000 \times m \times M} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ω_i ——试样中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的含量,单位为微克每克(μg/g);

ρ_i ——试样溶液中烷基(C₁₂~C₂₂)甲基铵盐的质量浓度,单位为微克每升(μg/L);

ρ_0 ——空白试样溶液中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的质量浓度,单位为微克每升(μg/L);

V ——样液定容体积,单位为毫升(mL);

M_i ——烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的相对分子质量;

f ——稀释倍数;

m ——称取试样的质量,单位为克(g);

M ——烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的相对分子质量。

计算结果保留三位有效数字。

对于试样中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的含量,则按式(2)计算获得:

$$\omega_j = \omega_i \times \frac{M_j}{M_i} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ω_j ——试样中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的含量,单位为微克每克(μg/g);

ω_i ——试样中烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的含量,单位为微克每克(μg/g);

M_j ——烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵盐的相对分子质量；
 M_i ——烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的相对分子质量。
计算结果保留三位有效数字。

9 回收率与精密度

烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基氯化铵在添加浓度为 10.0 μg/g~25.0 mg/g 的范围内,回收率为 87%~113%,相对标准偏差小于 7.0%。

10 允许差

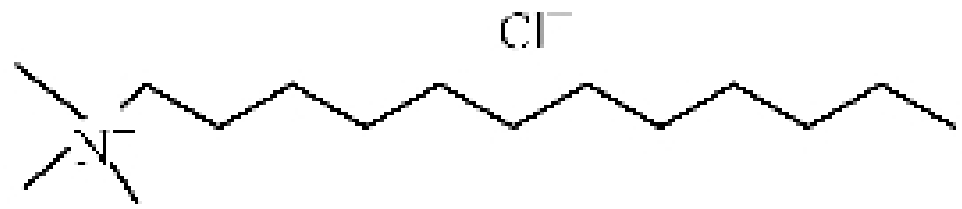
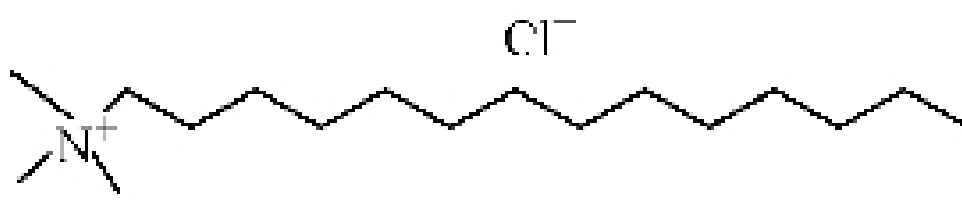
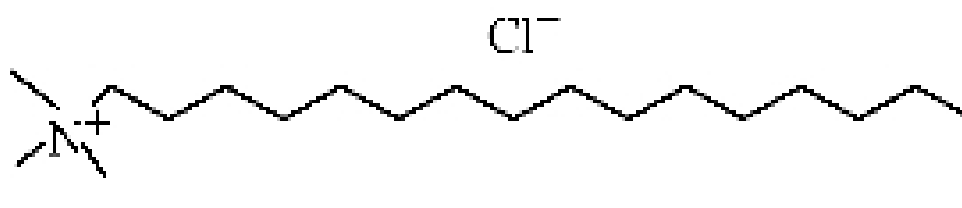
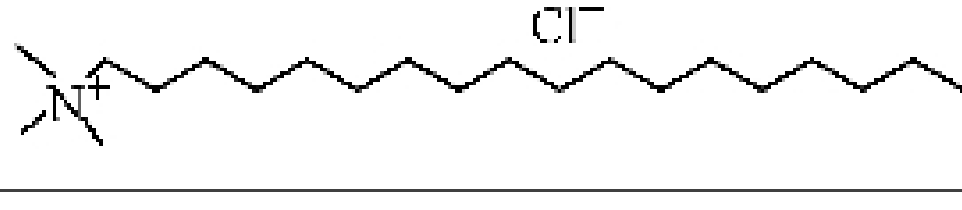
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 15%。



附录 A
(资料性)
标准物质的信息

五种烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基氯化铵标准物质中文名称、英文名称、常用别名、CAS 号、分子式、结构式及相对分子质量见表 A.1。

表 A.1 标准物质中文名称、英文名称、常用别名、CAS 号、分子式、结构式及相对分子质量

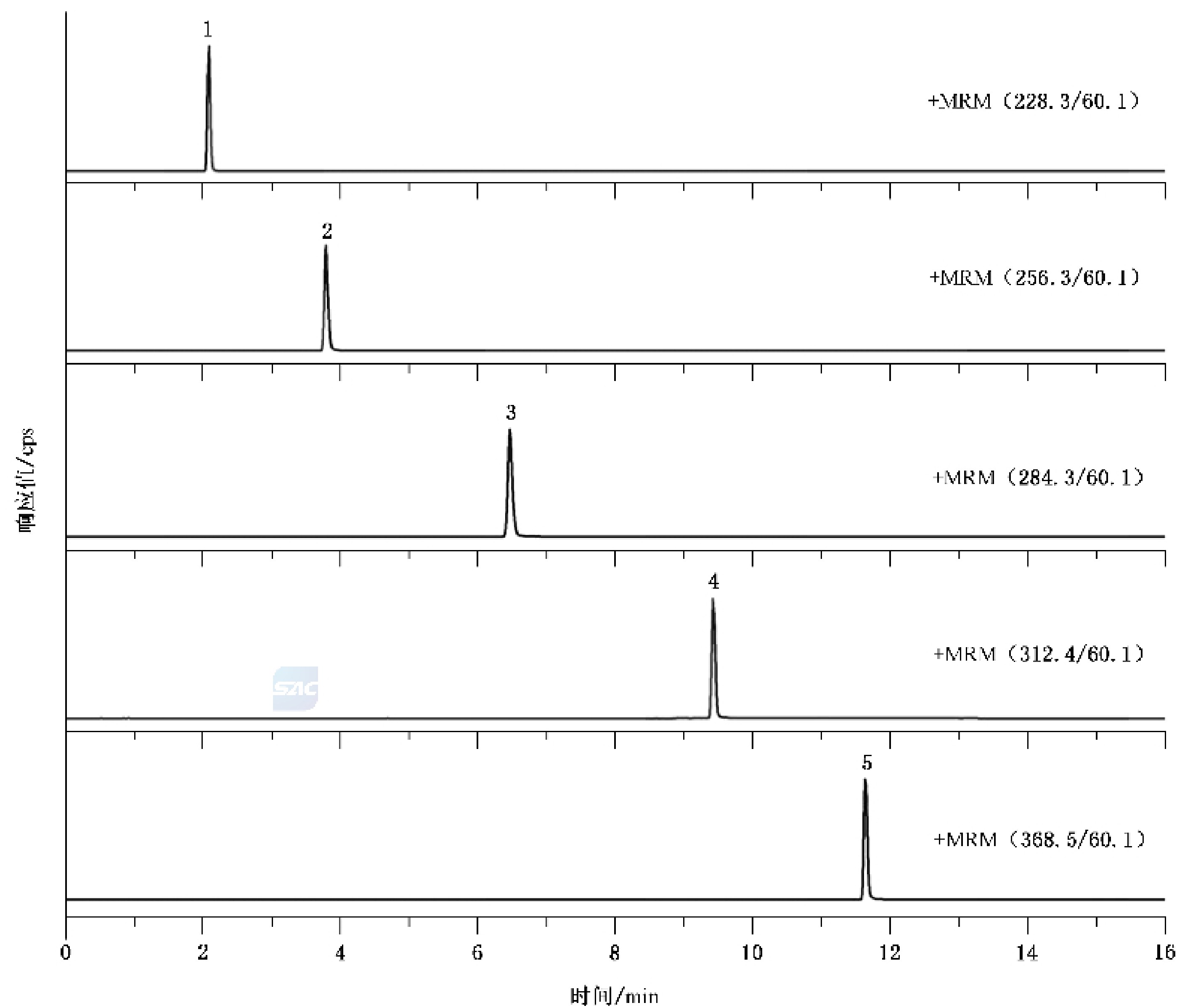
序号	中文名称	英文名称	常用别名	CAS 号	分子式	结构式	相对分子质量
1	十二烷基三甲基氯化铵	Dodecyl trimethyl ammonium chloride	月桂基三甲基氯化铵	112-00-5	C ₁₅ H ₃₄ ClN		263.89
2	十四烷基三甲基氯化铵	Tetradecyl trimethyl ammonium chloride	肉豆蔻基三甲基氯化铵	4574-04-3	C ₁₇ H ₃₈ ClN		291.94
3	十六烷基三甲基氯化铵	Hexadecyl trimethyl ammonium chloride	西曲氯铵	112-02-7	C ₁₉ H ₄₂ ClN		320.00
4	十八烷基三甲基氯化铵	Octadecyl trimethyl ammonium chloride	硬脂基三甲基氯化铵	112-03-8	C ₂₁ H ₄₆ ClN		348.05
5	二十二烷基三甲基氯化铵	Docosyl trimethyl ammonium chloride	山嵛基三甲基氯化铵	17301-53-0	C ₂₅ H ₅₄ ClN		404.16



附 录 B
(资料性)

五种烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图

五种烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图见图 B.1。



- 标引序号说明：
- 1——十二烷基三甲基铵根；
 - 2——十四烷基三甲基铵根；
 - 3——十六烷基三甲基铵根；
 - 4——十八烷基三甲基铵根；
 - 5——二十二烷基三甲基铵根。

图 B.1 五种烷基(C₁₂~C₂₂)三甲基铵根的 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图