



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2109—2008

进出口化妆品中奎宁及其 盐的测定方法

Determination of quinine and quinine salts in cosmetics
for import and export

2008-07-17 发布

2009-02-01 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 和附录 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。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：白桦、卢加文、于文莲、陈会明、刘柳。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口化妆品中奎宁及其盐的测定方法

1 范围

本标准规定了化妆品中洗发水和护发素中奎宁、奎宁盐酸盐、奎宁硫酸盐的液相色谱测定方法。

本标准适用于毛发清洁类和护理类化妆品中奎宁、奎宁盐酸盐、奎宁硫酸盐的测定。

2 原理

用甲醇提取化妆品中的奎宁及其盐,提取液经离心过滤后,用高效液相色谱进行测定。根据其保留时间定性,外标法定量,液相色谱-质谱法确证。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为二次去离子水或重蒸水。

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 。

3.3 奎宁标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 磷酸氢二铵溶液:称取 1.32 g 磷酸氢二铵用水稀释至 500 mL。

3.5 奎宁标准储备溶液:准确称取适量奎宁(精确到 0.1 mg),以甲醇配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液。

3.6 0.45 μm 滤膜。

4 仪器与设备

4.1 高效液相色谱仪,配有紫外检测器。

4.2 微量进样器,10 μL 。

4.3 超声波清洗器。

4.4 离心机:大于 5 000 r/min。

4.5 溶剂过滤器。

5 测定步骤

5.1 试样处理

称取化妆品试样约 0.5 g(精确到 0.001 g),置于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 甲醇,在超声波清洗器中超声提取 20 min,将提取液移入 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀。取部分溶液放入离心管中,在 5 000 r/min 离心 15 min,离心后的上清液经滤膜(3.6)过滤,所得滤液供液相色谱测定。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

- a) 色谱柱:Symmetry C_{18} , 250 $\times$ 4.6 mm(内径)5 μm (粒径),或相当者;
- b) 流动相:0.02 mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ + 甲醇=20+80(体积比);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 检测波长:334 nm;

- e) 柱温:30℃;
- f) 进样量:10 μL。

5.2.2 标准工作曲线绘制

移取奎宁标准储备溶液配制成 0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L 标准工作溶液,取 10 μL 注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。奎宁标准物色谱图参见附录 A。

5.2.3 试样测定

用微量进样器准确吸取 10 μL 试样溶液(5.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。奎宁含量高的试样可取适量用甲醇稀释后进行测定。奎宁、奎宁盐酸盐、奎宁硫酸盐三种物质在同一时间出峰,奎宁盐的含量以奎宁计算。需要时,可用液相-质谱法进行确证(参见附录 B)。

5.3 空白试验

除不称取试样外,按上述步骤进行。

6 结果计算

结果(以奎宁计)按式(1)计算:

$$W = \frac{c \times V}{1\,000m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- W——化妆品中奎宁的质量分数,%;
- c——从标准工作曲线上查出的试样溶液中奎宁的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V——试样定容体积,单位为升(L);
- m——试样的质量,单位为克(g)。

7 测定低限及精密度

7.1 测定低限

本方法对奎宁测定低限为 0.001%。

7.2 回收率和精密度

回收率和精密度见表 1 和表 2。

表 1 毛发清洁类化妆品中奎宁回收率和精密度

名 称	添加浓度/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
奎宁	0.001	97.8	4.39
	0.020	98.8	0.66
	0.200	98.6	0.67
	0.500	100	0.57

表 2 毛发护理类化妆品中奎宁回收率和精密度

名 称	添加浓度/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
奎宁	0.001	99.9	2.73
	0.020	98.0	1.06
	0.200	101	1.31
	0.500	99.8	0.76

附 录 A
(资料性附录)
奎宁标准物液相色谱图

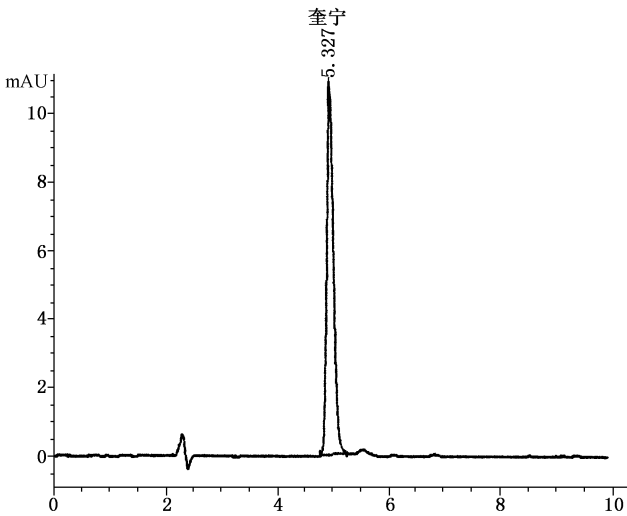


图 A.1 奎宁标准物的液相色谱图

附 录 B
(资料性附录)
确 证 试 验

B.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:Xterra® MS C₁₈柱,150 mm×2.1 mm(内径),5 μm(粒径),或相当者;
- b) 流动相:流动相梯度见表 B.1,A:水,B:甲醇;

表 B.1 流动相梯度

时间/min	0	1	1.1	10	11	15
流动相 A	90	90	0	0	90	90
流动相 B	10	10	100	100	10	10

- c) 流速:0.2 mL/min;
- d) 柱温:室温;
- e) 进样量:10 μL。

B.2 质谱条件

- a) 离子源:ESI;
- b) 离子化模式:正离子模式;
- c) 毛细管电压:3.0 kV;
- d) 锥孔电压:20 V;
- e) 萃取电压:3.0 V;
- f) 射频透镜电压:1.0 V;
- g) 离子源温度:100 ℃;
- h) 脱溶剂气温度:300 ℃;
- i) 数据采集方式:选择离子监测(MRM)。

B.3 定性测定

进行试样测定时,将样液适当稀释,按液相色谱-质谱条件测定样液和标准工作溶液,如果检出色谱峰的保留时间与标准物质相一致,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物质的相对丰度一致,相对丰度不超过表 B.2 规定的范围,则可判断样品中存在奎宁。

表 B.2 监测离子

目标物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	丰度比/%	允许相对误差/%
奎宁	325.1	160.1(29 eV) 172.1(28 eV)	100 68	±20

奎宁标准物液相色谱-质谱总离子流图见图 B.1,质谱图见图 B.2。

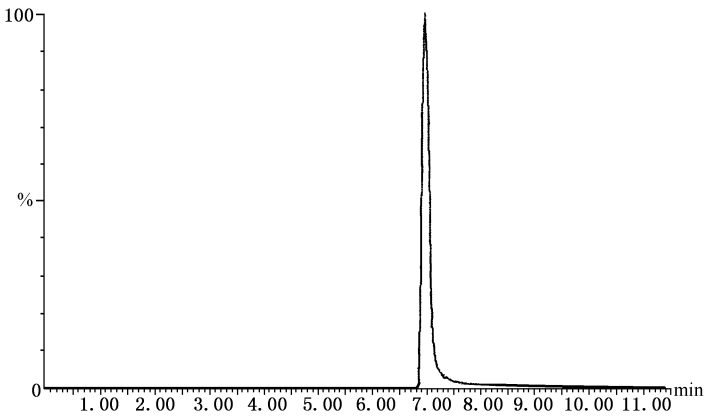


图 B.1 奎宁标准物液相色谱-质谱总离子流图

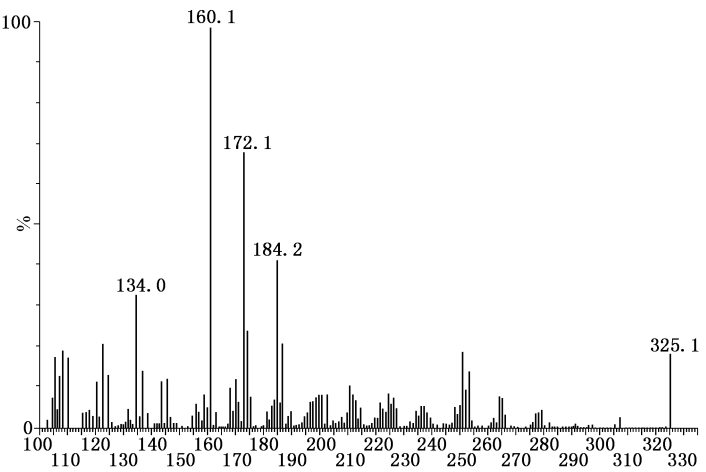


图 B.2 奎宁质谱图