

化妆品中两种苯扎氯铵的测定

GB/T 30931-2014

1、适用范围

本标准规定了化妆品中苯扎氯铵的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于膏霜、香波、水剂类化妆品中苯扎氯铵含量的测定（本实验样品为护手霜）

参考标准：《GB/T 30931-2014 化妆品中苯扎氯铵含量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 50%甲醇水溶液：量取 500mL 甲醇，500mL 水，混匀。
- 2) 0.5%甲酸的甲醇溶液：量取 5mL 甲酸至 1000mL 容量瓶中，用甲醇定容。
- 3) 乙酸铵溶液：称取 3.08g 乙酸铵至于烧杯中，加水溶解并定容至 1000mL，再加入 1mL 三乙胺。用冰醋酸调节至 pH=4.0，过 0.45 μ m 滤膜。
- 4) 十二烷基二甲基苄基氯化铵标准储备液：称取 5mg 十二烷基二甲基苄基氯化铵标准品，用 50%甲醇水溶液定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 5) 十四烷基二甲基苄基氯化铵标准储备液：称取 5mg 十四烷基二甲基苄基氯化铵标准品，用 50%甲醇水溶液定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 6) 混合标准工作液：吸取 2.0mL 十二烷基二甲基苄基氯化铵标准储备液和 2.0mL 十四烷基二甲基苄基氯化铵标准储备液，混匀，再用 0.5%甲酸的甲醇溶液定容至 10mL，配制成 100 μ g/mL 的混合标准工作液。



3、提取步骤

称取化妆品试样 0.5g（精确到 0.001g），置于 50mL 离心管中，用 0.5%甲酸的甲醇溶液定容至 25mL，充分混匀，超声提取 20min，8000r/min 离心 20min，吸取 15mL 上清液转移至 50mL 鸡心瓶中，45℃下水浴减压旋蒸至近干，用 3mL0.5%甲酸的甲醇溶液复溶，过 0.22μm 微孔滤膜，待用。

4、注意事项

- 1) 加标水平：0.5g 样品中加入 0.5mL 100μg/mL 标准工作液，因此加标水平为 100mg/kg，最终机度数为 10μg/mL。
- 2) 如果样品提取过程中出现浑浊或者乳化现象，可以加入适量氯化钠破乳。

5、色谱条件

6.1 高效液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×250mm，5μm

流速：1.0mL/min

柱温：25℃

进样量：20μL

检测波长：260nm

洗脱程序：

	乙腈/%	乙酸铵溶液/%
0min	100	0



6min	80	20
22min	80	20
22.1min	100	0
30	100	0

6、色谱图或者加标回收率结果

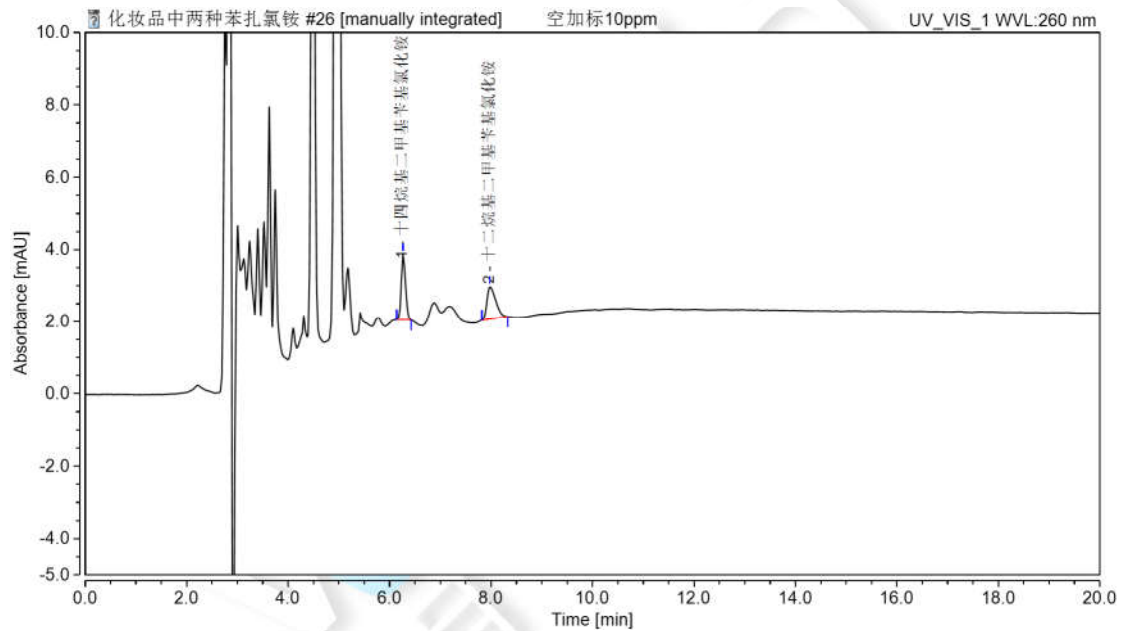


图 1.两种苯扎氯铵空白基质加标 100mg/kg 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)
十四烷基二甲基苄基氯化铵	6.265	0.1754	1.83	49.11	1.18	27691
十二烷基二甲基苄基氯化铵	7.982	0.1818	0.91	50.89	1.54	9862



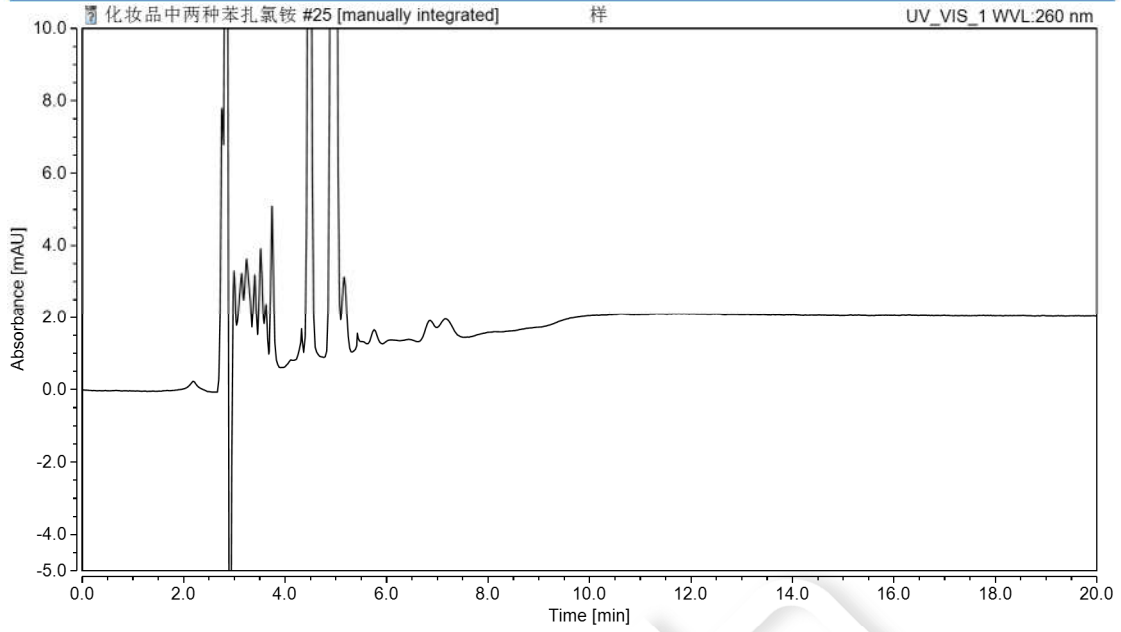


图 2.化妆品样品空白图谱

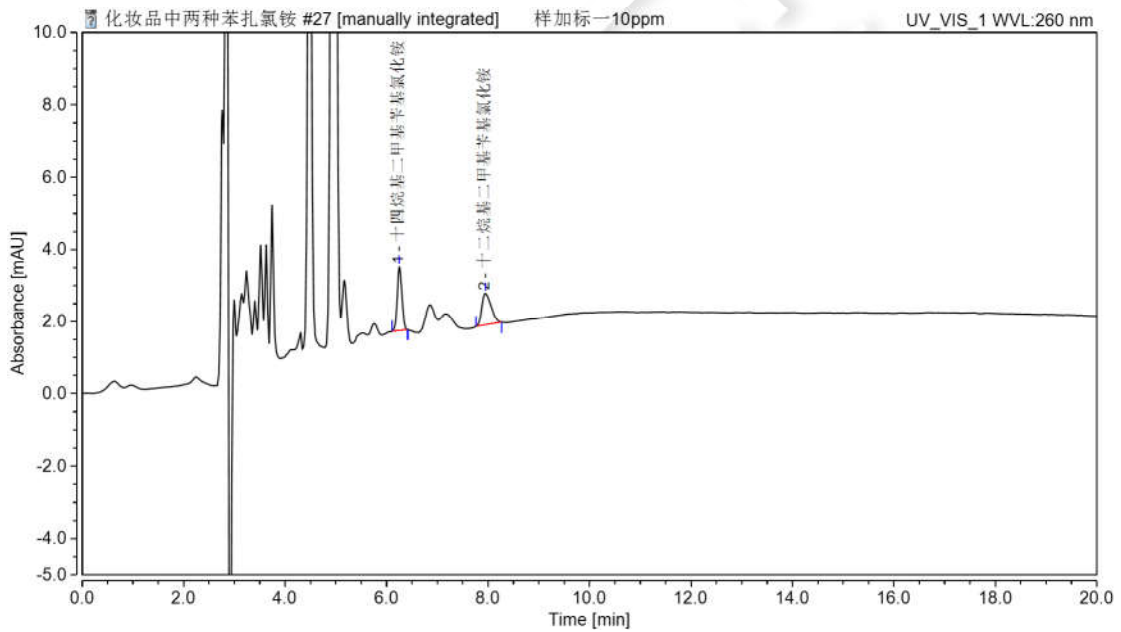


图 3.化妆品样品加标 100mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
十四烷基二甲基苄基氯	100mg/kg	104.56%	2.46%



化铵			
十二烷基二 甲基苄基氯 化铵	100mg/kg	102.74%	2.36%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	Ultimate®XB-C18	4.6×250mm, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	十二烷基二甲基苄基氯化铵标准品	CAS:139-07-1
	十四烷基二甲基苄基氯化铵标准品	CAS:139-08-2

