

化妆品中禁用物质磷酸三酯和磷酸三甲酚酯的测定 QB/T5293-2018

1、适用范围

适用于化妆品中禁用物质磷酸三酯、磷酸三甲酚酯的测定。（本实验样品润肤霜）

参考标准《QB/T 5293-2018 化妆品中禁用物质磷酸三丁酯、磷酸三（2-氯乙）酯和磷酸三甲酚酯的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液 1, 2 号（磷酸三间甲酚酯、磷酸三对甲酚酯）：精密称取标准品 10mg，于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 1mg/mL 的标准贮备液，于 4℃ 避光保存。
- 2) 标准贮备液 3, 4 号（磷酸三酯、磷酸三邻甲酚酯）：移取标准品溶液（1000 μ g/mL）1mL，用丙酮稀释至刻度，配置成 100 μ g/mL 的标准贮备液 2，于 4℃ 避光保存。
- 3) 标准工作液：分别准确移取 4 种物质标准贮备液，用丙酮稀释至刻度，配置成 1 μ g/mL 的标准工作液，于 4℃ 避光保存。
- 4) 乙腈-甲苯溶液：量取 300mL 乙腈，100mL 甲苯，混匀。

3、提取步骤

称取 0.5g 样品于 10mL 玻璃离心管中，加入 2.5mL 正己烷，涡旋，超声 10min，离心 2min（3000r/min），移取上清液于另一离心管中，并置于 40℃ 水浴中氮气吹干，用 1mL 乙腈-甲苯溶液复溶，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: Welchrom® Carb,500mg/6mL

活化: 5mL 甲醇, 5mL 乙腈-甲苯 (3-1), 弃去

上样: 待净化液全部上样, 收集;

淋洗: 1mL 乙腈-甲苯润洗离心管, 收集

洗脱: 10mL 乙腈-甲苯 (3-1), 收集

浓缩: 40°C 旋转蒸发至干, 用丙酮复溶并定容至 5mL, 待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 0.5g 样品中加入 0.25mL 1 μ g/mL 标准工作液, 定容至 5mL, 因此加标水平为 0.5mg/kg, 最终机度数为 0.05 μ g/mL。
- 2) 标品用样品基质定容, 回收率较正常, 不然回收率会偏高。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25 μ m
进样口温度	280°C
升温程序	初始温度为 90°C, 保持 1min; 以 10°C/min 升温至 280°C, 保持 2min; 再以 25°C/min 升温至 300°C, 保持 5min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

进样量	1 μ L
-----	-----------

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70eV
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	250 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	11min

7、色谱图或者加标回收率结果

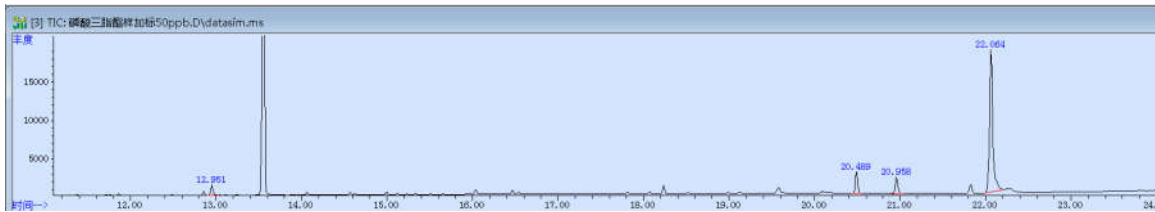


图 1. 磷酸三脂等四种混标 0.05 μ g/mL 图谱

物质	峰号	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
磷酸三酯	1	12.951	0.028	23258	12.903	13.026
磷酸三邻甲酚酯	2	20.489	0.031	54866	20.425	20.575
磷酸三间甲酚酯	3	20.958	0.034	44235	20.889	21.063
磷酸三对甲酚酯	4	22.069	0.041	486329	21.974	22.217

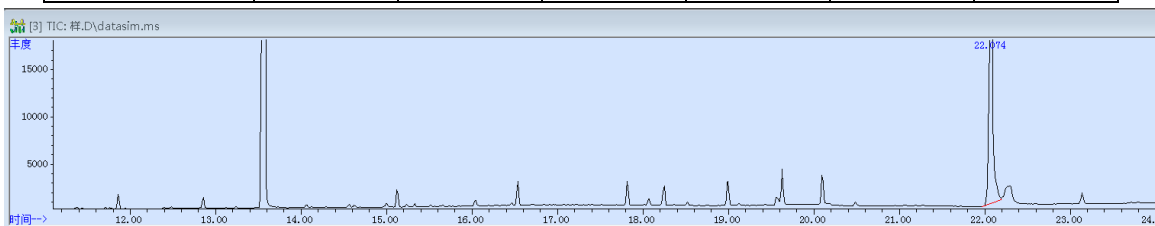


图 2. 润肤霜样品空白图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

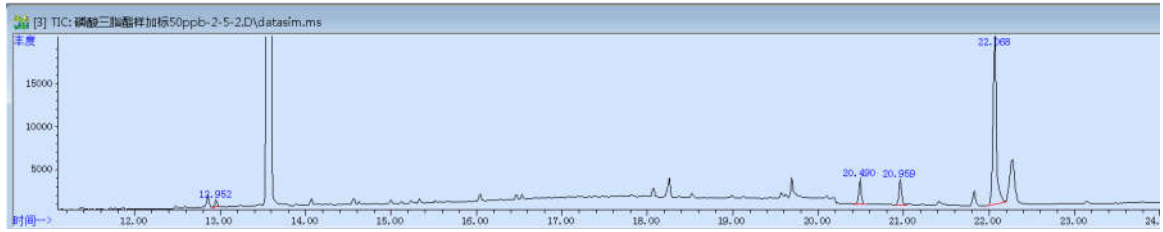


图 3.润肤霜样品加标 0.5mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
磷酸三酯	0.5mg/kg	70%	4.04%
磷酸三邻甲酚酯		101%	4.11%
磷酸三间甲酚酯		137%	5.75%
磷酸三对甲酚酯		--	--

表 2.物质含量表

物质	目标物	含量
润肤霜	磷酸三酯	未检出
	磷酸三邻甲酚酯	未检出
	磷酸三间甲酚酯	未检出
	磷酸三对甲酚酯	0.47μg/g

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00517-20006	SPE 小柱	Welchrom® Carb,500mg/6mL,30pk
00837-05002	15mL 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, 15mL, 50/包

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm
	磷酸三酯标准品	CAS 号: 115-96-8
	磷酸三邻甲酚酯标准 品	CAS 号: 78-30-8
	磷酸三间甲酚酯标准 品	CAS 号: 563-04-2
	磷酸三对甲酚酯标准 品	CAS 号: 78-32-0

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com