

化妆品中乌头碱及其盐的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of aconitines and aconitines salts in cosmetics
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2017-10-25 发布

2017-11-25 实施

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准由山东省化妆品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、山东省食品药品检验研究院。

本标准主要起草人：周莉莉、崔玉花、李丽、高勇、邹惠玲、许世明、张卉、祝建华。

地方标准信息服务平台

化妆品中乌头碱及其盐的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中乌头碱、新乌头碱和次乌头碱及其盐的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于化妆品中乌头碱、新乌头碱和次乌头碱及其盐的定性确证和定量测定。

本标准液相色谱-串联质谱法乌头碱、新乌头碱和次乌头碱的检出限均为 $2.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 原理

试样用少量浓氨水溶解，乙腈提取，冰水浴超声，离心，用液相色谱-串联质谱法测定，外标法定量。

3 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为二次去离子水或重蒸水。

3.1 乙腈：色谱纯。

3.2 氨水。

3.3 0.05% (v/v) 氨水溶液：量取 0.5 mL 氨水，用超纯水稀释并定容至 1 L。

3.4 乌头碱标准品 (aconitine, CAS 号 302-27-2, C₃₄H₄₇N₀₁₁)：纯度大于等于 98%。

3.5 新乌头碱标准品 (mesaconitine, CAS 号 2752-64-9, C₃₃H₄₅N₀₁₁)：纯度大于等于 98%。

3.6 次乌头碱标准品 (aconitine, CAS 号 6900-87-4, C₃₃H₄₅N₀₁₀)：纯度大于等于 98%。

3.7 标准储备溶液：分别称取适量标准品，用甲醇溶解，分别配制成 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。 -18°C 避光保存。

3.8 混合标准中间溶液 ($1 \mu\text{g}/\text{mL}$)：分别准确吸取 1.00 mL 各标准储备溶液 (3.7) 至 100 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，1 mL 该溶液分别含 $1 \mu\text{g}$ 的乌头碱、 $1 \mu\text{g}$ 的新乌头碱和 $1 \mu\text{g}$ 的次乌头碱。

3.9 混合标准工作溶液：根据需要，用初始比例的流动相由混合标准中间溶液 (3.8) 稀释成合适的混合标准工作溶液，现用现配。

3.10 $0.22 \mu\text{m}$ 有机相过滤膜。

4 仪器和设备

4.1 液相色谱-串联质谱联用仪：配有电喷雾 (ESI) 电离源。

4.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g 各一台。

4.3 涡旋混合器。

4.4 超声波提取器。

4.5 离心机，大于 3000 r/min。

5 样品制备