

ICS 71.100.70  
Y42



# 中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—20××

## 化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法

Determination of Synthetic Musks in Cosmetics

GC-MS method

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

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/TC374）提出并归口。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、中检华纳质量技术中心……

本文件主要起草人：周静、胡守江、兰旭、徐红斌、林艳、冷桃花、何潇俊、翁史昱、周耀斌、葛宇……

# 化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法

## 1 范围

本文件规定了化妆品中5种硝基麝香包括伞花麝香、葵子麝香、西藏麝香、酮麝香和二甲苯麝香以及6种多环麝香包括佳乐麝香、吐纳麝香、开许梅陇、特拉斯、萨利麝香和粉檀麝香共11种合成麝香的气相色谱-质谱测定方法。

本文件适用于化妆水、乳液、膏霜以及彩妆类的唇膏、粉质化妆品。

## 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

试样经有机溶剂超声提取，离心，基体分散固相萃取净化，浓缩定容，经0.22 $\mu$ m的有机滤膜过滤，供气相色谱-质谱仪检测，内标法定量。

## 5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用色谱纯试剂。

5.1 水为GB/T 6682规定的一级水。

5.2 正己烷。

5.3 石墨化炭黑粉末：120目~400目。

5.4 乙酸乙酯。

5.5 环己烷+乙酸乙酯（1+1）：量取相同体积的环己烷和乙酸乙酯混合。

5.6 饱和氯化钠（NaCl）：称取 20g 氯化钠（分析纯），置烧杯中，加入 40mL 水，振摇溶解，静置，现用现配。

5.7 2.0%甲酸溶液：吸取2.0mL甲酸至100mL容量瓶，用乙腈稀释并定容至刻度，现用现配。

5.8 合成麝香标准品：纯度不小于 99.0%，CAS 号、分子式、相对分子量和结构式见附录 A 表 A.1。

5.9 氘代内标: d<sub>3</sub>-吐纳麝香 (d<sub>3</sub>-AHTN, C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>D<sub>3</sub>O, CAS 号: 1396967-82-0), d<sub>15</sub>-二甲苯麝香 (d<sub>15</sub>-MX, C<sub>12</sub>D<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>, CAS 号: 877119-10-3), 纯度不小于 99.0%。

5.10 标准储备溶液, 100mg/L

准确称取各合成麝香标准品 10 mg, 精确到 0.1 mg, 于 100 mL 的容量瓶中, 用乙酸乙酯 (5.4) 溶解并定容至刻度。标准储备溶液在-18 °C 保存, 有效期为 6 个月。

5.11 内标储备溶液, 100mg/L

准确称取内标标准品 10 mg, 精确到 0.1mg, 于 100 mL 的容量瓶中, 用乙酸乙酯 (5.4) 溶解并定容至刻度。内标储备溶液在-18 °C 保存, 有效期为 6 个月。

5.12 混合标准溶液, 1.0mg/L

移取适量标准储备溶液 (5.10) 于 100 mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯 (5.4) 稀释并定容至刻度。混合标准溶液, 现用现配。

5.13 混合内标溶液, 1.0mg/L

移取适量内标储备溶液 (5.11) 于 100 mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯 (5.4) 稀释并定容至刻度。混合内标溶液, 现用现配。

5.14 标准工作曲线溶液

按逐级稀释的方法准确移取不同体积的混合标准溶液 (5.12) 于 2 mL 容量瓶中, 加入同等质量浓度的混合内标溶液 (5.13), 配制成标准系列工作溶液。浓度分别为 0.025 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.25 mg/L、0.5 mg/L, 内标浓度均为 0.1 mg/L。现用现配。

5.15 滤膜: 0.22 μm, 有机膜。

5.16 聚酰胺粉末: 100 目~200 目。

## 6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱仪, 配电子轰击 (EI) 离子源。

6.2 分析天平, 感量为 0.1 mg 和 0.01 g。。

6.3 超声波萃取仪。

6.4 离心机: 转速≥10000 r/min。

6.5 涡旋振荡器。

6.6 氮气浓缩装置。

## 7 分析步骤

### 7.1 水乳、膏霜类化妆品

称取样品约 0.25 g (精确到 0.001 g) 于 15 mL 具塞刻度离心管中, 加入 100 μL 氘代内标工作液 (5.13),

准确加入 1.0 mL 饱和氯化钠溶液 (5.6) 和 2.0 mL 正己烷 (5.2), 涡旋混合, 40℃ 超声提取 20 min, 8000 r/min 离心 3min, 取上清液, 剩余样品溶液用 2.0mL 正己烷 (5.2) 再次提取, 合并上清液, 加入 0.1 g 石墨化炭黑粉末 (5.3), 涡旋震荡 3min, 10000r/min 离心 5min, 取上清液, 氮气吹至近干, 1.0mL 正己烷 (5.2) 复溶解, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 待 GC-MS 检测。

## 7.2 唇膏、粉质类化妆品

称取样品约 0.25 g (精确到 0.001 g) 于 15 mL 具塞离心管中, 加入 100 μL 氘代内标工作液 (5.13), 准确加入环己烷+乙酸乙酯溶液 (1+1) (5.5) 10.0 mL, 涡旋混合, 40℃ 超声提取 20 min, 8000 r/min 离心 3min, 取上清液, 加入 0.1 g 石墨化炭黑粉末 (5.3), 涡旋震荡 3min, 10000r/min 离心 5min, 取上清液, 加入 2mL 2.0% 甲酸溶液 (5.7), 加入 0.1g 聚酰胺粉末 (5.16), 涡旋震荡 3min, 10000r/min 离心 5min, 取上清液, 氮气吹至近干, 1.0mL 正己烷 (5.2) 复溶解, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 待 GC-MS 检测。

## 7.3 测定条件

### 7.3.1 气相色谱-质谱法仪器条件

由于仪器设备的多样性, 因此不可能给出测试条件的普遍参数, 采用下列测试条件已被证明对检测是合适的:

#### 7.3.1.1 气相色谱条件

- a) 色谱柱: 聚乙二醇石英毛细管柱, 30 m×0.25 mm×0.25 μm, 或其他性能相当者;
- b) 色谱柱升温程序: 起始温度 80℃, 以 10℃/min 的速率升至 160℃, 以 5℃/min 的速率升至 175℃, 保持 5min, 以 1℃/min 的速率升至 178℃, 保持 1min, 以 10℃/min 的速率升至 200℃, 保持 2min, 以 20℃/min 的速率升至 250℃, 保持 5min。后运行: 260℃, 保持 3min;
- c) 载气: 氦气, 纯度≥99.999 %, 流速: 1.0 mL/min;
- d) 进样量: 1μL;
- e) 进样口温度: 250 ℃;
- f) 进样方式: 无分流进样, 0.75 min 后开阀。

#### 7.3.1.2 质谱参考条件

- a) 电离方式: 电子轰击电离 (EI), 电离能量: 70 eV;
- b) 离子源温度: 230 ℃;
- c) 四级杆温度: 150 ℃;
- d) 传输线温度: 250 ℃;
- e) 溶剂延迟: 8 min;
- f) 离子监测方式: 选择离子扫描;

监测离子对参见附录 A 表 A.2。

### 7.3.2 定性测定

在相同实验条件下进行样品测定时，检出的色谱峰的保留时间与标准样品相比，变化范围应在 $\pm 0.5\%$ 之内；并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度比与浓度相当的标准溶液相比，其允许偏差不超过表1规定的范围，则可判断样品中存在对应的待测物。

表 1 定性时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	允许的相对偏差
>50%	$\pm 10\%$
>20%且 $\leq 50\%$	$\pm 15\%$
>10%且 $\leq 20\%$	$\pm 20\%$
$\leq 10\%$	$\pm 50\%$

### 7.3.3 定量测定

本文件采用内标校准曲线法定量测定。以各合成麝香物质的定量离子峰面积及其对应氘代同位素内标的峰面积比值为纵坐标，以系列标准溶液中各组分含量（mg/L）与对应氘代同位素内标含量（mg/L）比值为横坐标，绘制标准曲线。并且保证所测样品中各合成麝香的相对响应值均在仪器的线性范围内，超过线性范围则应适当稀释后重新测定。

多环麝香：开许梅陇、萨利麝香、粉檀麝香、特拉斯、佳乐麝香和吐纳麝香以 $d_3$ -吐纳麝香（ $d_3$ -AHTN）为内标；硝基麝香：伞花麝香、葵子麝香、西藏麝香、酮麝香和二甲苯麝香以 $d_{15}$ -二甲苯麝香（ $d_{15}$ -MX）为内标。

在上述仪器条件下标准品选择离子扫描色谱图见附录B中的图B.1。

### 7.4 平行试验

按照以上步骤对同一试样进行平行试验测定。

### 7.5 空白试验

除不称取试样外，均按照上述步骤进行。

## 8 结果计算

试样中各合成麝香含量的计算按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{(C_i - C) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_i$ ——样品中合成麝香的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$C_i$ ——从标准曲线查得样品液中各合成麝香的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$C$ ——从标准曲线查得空白液中各合成麝香的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$ ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——样品质量，单位为克（g）；

$f$ ——稀释倍数。

计算结果大于等于 1.0 mg/kg 时，保留三位有效数字；结果小于 1.0 mg/kg 时，保留两位有效数字。

## 9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

## 10 检出限和定量限

当取样量为 0.25 g时，开许梅陇、萨利麝香、粉檀麝香、特拉斯和吐纳麝香的方法检出限为 0.015 mg/kg，定量限为0.05mg/kg；伞花麝香、葵子麝香、西藏麝香、酮麝香、二甲苯麝香和佳乐麝香的方法检出限为 0.03mg/kg，定量限为0.10mg/kg。

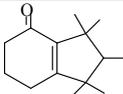
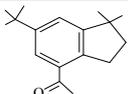
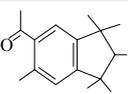
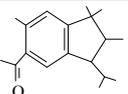
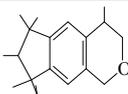
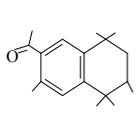
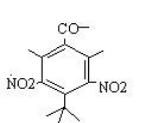
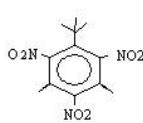
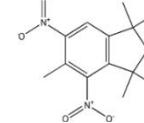
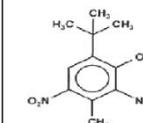
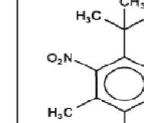
## 附录 A

(资料性附录)

## 合成麝香的 CAS 号、分子式、相对分子量、结构式和监测离子

11种合成麝香的CAS号、分子式、相对分子量和结构式见表A.1

表 A.1 11 种合成麝香的 CAS 号、分子式、相对分子量和结构式

中文名称	开许梅陇	萨利麝香	粉檀麝香	特拉斯	佳乐麝香	
英文名称	Cashmeran	Celestolide	Phantolide	Traseolide	Galaxolide	
CAS 号	33704-61-9	13171-00-1	15323-35-0	68140-48-7	1222-05-5	
分子式	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> O	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O	
相对分子量	206.32	244.37	244.37	258.40	258.40	
结构式						
中文名称	吐纳麝香	酮麝香	二甲苯麝香	伞花麝香	葵子麝香	西藏麝香
英文名称	Tonalide	Musk ketone	Musk xylene	Musk moskene	Musk ambrette	Musk tibetene
CAS 号	1506-02-1	81-14-1	81-15-2	116-66-5	83-66-9	145-39-1
分子式	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>15</sub> N <sub>3</sub> O <sub>6</sub>	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
相对分子量	258.40	294.30	297.26	278.30	268.27	266.29
结构式						

合成麝香及其氘代内标的质谱监测离子见表 A.2

表 A.2 合成麝香及其氘代内标的质谱监测离子

化合物	定量离子 m/z	定性离子 m/z
内标: 氘代吐纳麝香 (d <sub>3</sub> -AHTN)	246	261
开许梅陇 (DPMI)	191	206, 135
萨利麝香 (ADBI)	229	244, 173
粉檀麝香 (AHMI)	229	244, 187
佳乐麝香 (HHCB)	243	258, 213
特拉斯 (ATII)	215	258, 173
吐纳麝香 (AHTN)	258	243, 187
内标: 氘代二甲苯麝香 (d <sub>15</sub> -MX)	294	312
二甲苯麝香 (MX)	282	297, 283
伞花麝香 (MM)	263	278, 264
葵子麝香 (MA)	253	268, 238
西藏麝香 (MT)	251	266, 252
酮麝香 (MK)	279	294, 280

## 附录 B

(资料性附录)

合成麝香标准品气相色谱-质谱法选择离子扫描 (SIM) 色谱图

合成麝香标准品气相色谱-质谱法选择离子扫描 (SIM) 色谱图见图B.1

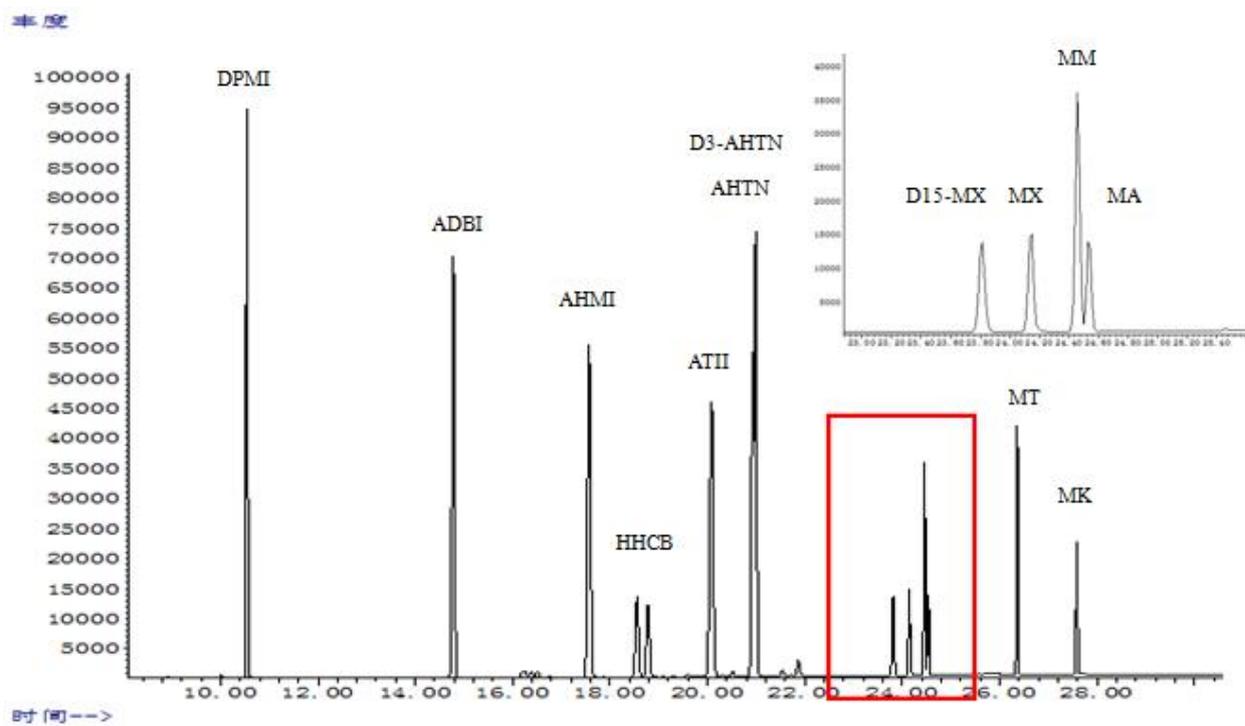


图 B.1 合成麝香标准品气相色谱-质谱法选择离子扫描 (SIM) 色谱图