

ICS 71.100.70

Y42



中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—20××

化妆品中壬二酸的检测 气相色谱法

Determination of azelaic acid in cosmetics by gas chromatography 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：周耀斌、赵艳菊、宁啸骏、兰旭、陆志芸、虞成华、夷婧、周静、刘怨、顾宇翔……

化妆品中壬二酸的检测 气相色谱法

1 范围

本文件规定了化妆品中壬二酸的检测气相色谱测定方法。

本文件适用于水剂、膏霜、乳液和面膜类化妆品。

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

试样在浓硫酸和乙醇条件下衍生，用正己烷萃取，浓缩后，经气相色谱分离，氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级水。

5.2 无甲醇乙醇，取 1.0 μL 注入色谱仪，应无杂峰出现，无甲醇检出；

5.3 正己烷；

5.4 浓硫酸；

5.5 碳酸氢钠；

5.6 饱和碳酸氢钠溶液：取足量的碳酸氢钠固体，用水溶解在 500 mL 试剂瓶中，保持在瓶底有碳酸氢钠粉末。

5.7 壬二酸标准品：纯度不小于 98.0%，CAS 号：123-99-9，分子式 $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_4$ ，分子量 188.22。

5.8 壬二酸标准品标准储备液，50000 mg/L

准确称取壬二酸标准品 5 g，精确到 0.01 g，于 100 mL 的容量瓶中，用无甲醇乙醇溶解（5.2）并定容至刻度。即得壬二酸标准储备溶液浓度为 50000 mg/L 的标准储备液，-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存，保质期 6 个月。

5.9 标准工作曲线溶液

用无甲醇乙醇(5.2)将上述标准储备液(5.8)分别配成一系列浓度 50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L、500 mg/L、1000 mg/L、2500 mg/L、5000 mg/L 的标准工作溶液, -18 °C 保存, 保质期 1 个月。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪, 配有氢火焰离子化检测器(FID)。

6.2 分析天平(感量为 0.0001 g 和 0.01 g)。

6.3 离心机: 转速 \geq 5000 r/min。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 15 mL 和 50 mL 刻度管。

6.6 氮吹仪

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取样品 1 g(精确至 0.001 g)于 15 mL 刻度管中, 加 2 mL 无甲醇乙醇(5.2), 涡旋混合 1 min, 加 800 μ L 浓硫酸(5.4), 涡旋混合 1 min, 常温下衍生 10 min, 此为衍生液。

加 5 mL 正己烷(5.3)于衍生液中, 涡旋混合 2 min, 离心(转速 \geq 5000 r/min) 5 min, 吸取正己烷层于 50 mL 刻度管中。加 5 mL 正己烷(5.3)于衍生液中, 重复提取两次, 合并三次正己烷层提取液于 50 mL 刻度管中。往正己烷提取液中逐滴加入等体积的饱和碳酸氢钠溶液(5.6), 盖上盖子, 振荡并注意不断放气, 离心(转速 \geq 5000 r/min) 5 min。吸取正己烷层, 氮吹至 4.5 mL 左右, 用正己烷(5.3)准确定容至 5 mL, 此为试样液, 待上机测定。[若被测组分含量较高, 可用正己烷(5.3)将试样液稀释后再测定。]

7.2 标准工作曲线的制备

准确吸取标准工作溶液(5.9) 50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L、500 mg/L、1000 mg/L、2500 mg/L、5000 mg/L 各 1 mL, 加入 2 mL 无甲醇乙醇(5.2), 按照 7.1 样品处理方法进行衍生、萃取、氮吹、定容。衍生后, 标准工作曲线的浓度为 10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、1000 mg/L。

7.3 测定条件

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:

- a) 色谱柱: 5%苯基-甲基聚硅氧烷(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m), 或其他性能相当者;
- b) 载气流速: 1.0 mL/min;
- c) 进样口温度: 260 °C;
- d) 进样量: 1 μ L;
- e) 分流比: 5: 1;
- f) 检测器: 温度 280 °C, 氢气流量 30 mL/min, 空气流量 300 mL/min
- g) 升温程序: 80 °C(保留 2 min), 20 °C/min 升温至 250 °C, 保持 6 min;

7.4 标准工作曲线绘制

按7.3的测定条件，分别吸取1 μL标准工作溶液（7.2）由低到高进样测定，以标准物质峰面积为纵坐标，质量浓度为横坐标，绘制标准工作曲线。

7.5 定量测定

采用外标-校准曲线法定量测定，应保证所测样品中被测组分的响应值均在标准工作曲线的线性范围内。必要时，可采用气相色谱-质谱法进一步确证阳性结果（见附件B）。

7.6 空白试验

除不称取试样外，均按 7.1 的规定执行。

8 结果计算

试样中壬二酸含量的计算按公式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V}{m} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品中壬二酸的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从标准曲线查得样品液中壬二酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）；

f ——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

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

本方法的检出限为15 mg/kg，定量限为50 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
壬二酸衍生物色谱图

壬二酸衍生物气相色谱图见图A.1

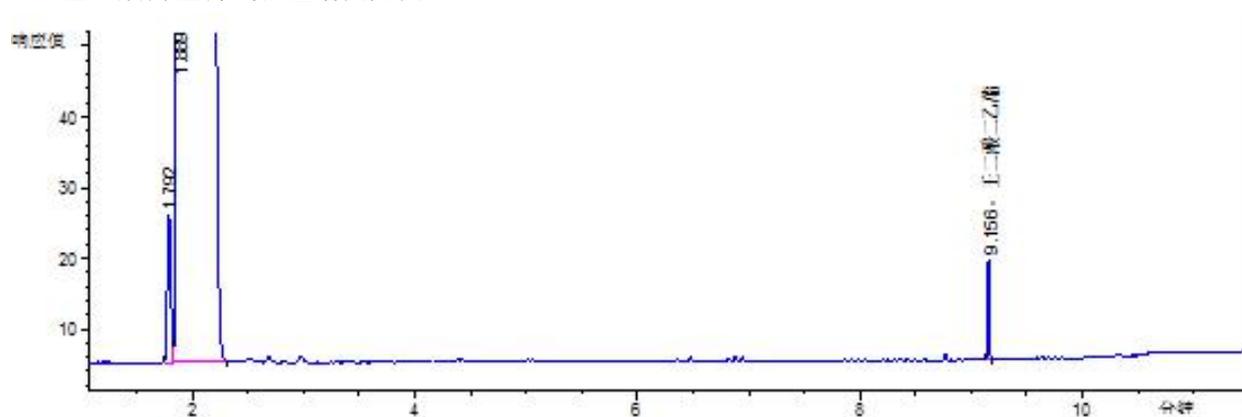


图 A.1 壬二酸衍生物气相色谱图

附录 B
(资料性附录)

壬二酸气相色谱-质谱方法的确认

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:

- a) 色谱柱: 5%苯基-甲基聚硅氧烷(30 m×0.25 mm×0.25 μm), 或性能相当色谱柱;
- b) 升温程序: 80 °C (保留 2 min), 20 °C/min 升温至 250 °C, 保持 6 min;
- c) 进样口温度 260 °C;
- d) 分流比 50: 1;
- e) 电离方式: EI;
- f) MS 检测器温度 230 °C;
- g) 传输线温度 280 °C;
- h) 扫描离子范围 50 amu -550 amu;
- i) 载气: 氦气, 1.0 mL/min
- j) 进样量: 1.0 μL

壬二酸二乙酯总离子流图见图 B.1, 质谱图见图 B.2

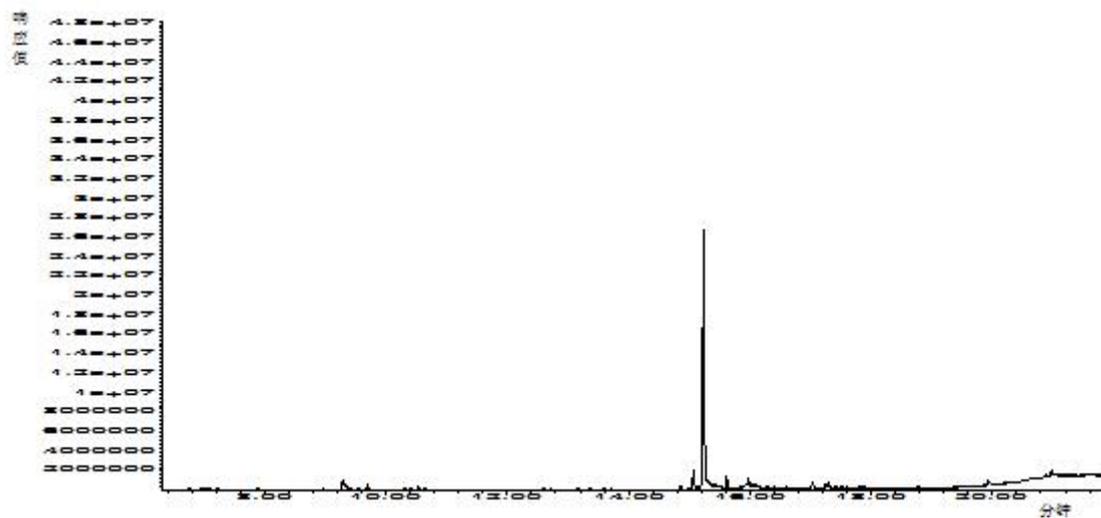


图 B.1 壬二酸二乙酯总离子流图

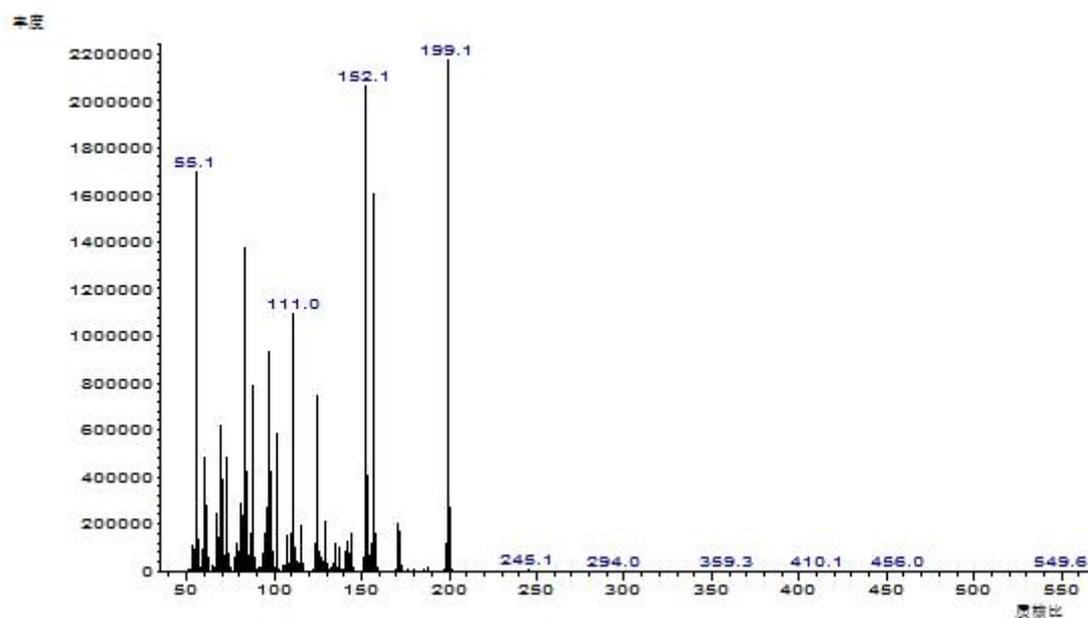


图 B.2 壬二酸二乙酯质谱图

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B.1规定的范围，则可判断样品中存在对应的待测物。

表 B.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 $\leq 20\%$	$\pm 20\%$
$\leq 10\%$	$\pm 50\%$