

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中苔黑醛和氯化苔黑醛的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of atranol and chloratranol in cosmetics – liquid chromatography tandem mass spectrometry

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规章》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

化妆品中苔黑醛和氯化苔黑醛的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了化妆品中苔黑醛和氯化苔黑醛的液相色谱-串联质谱测定方法的原理、试剂和材料、仪器设备、分析步骤、结果计算和精密度。

本文件适用于液体类和膏霜乳类化妆品中苔黑醛和氯化苔黑醛的测定。

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

样品加入有机溶剂后，涡旋震荡，超声提取，离心沉淀，上清液用液相色谱-串联质谱仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 甲醇：色谱纯。

5.4 苔黑醛（2,6-二羟基-4-甲基苯甲醛，CAS: 526-37-4）：纯度大于 99.0%（质量分数），氯化苔黑醛（3-氯-2,6-二羟基-4-甲基苯甲醛，CAS: 57074-21-2）：纯度大于 98.0%（质量分数），苔黑醛和氯化苔黑醛的中文名称、英文名称、分子式、相对分子质量和化学结构式参加附录 A 的表 A.1。

5.5 标准储备液：1000 mg/L：分别准确称取苔黑醛、氯化苔黑醛标准品（5.4）0.025 g（精确至 0.0001 g）于 25 mL 容量瓶中，用甲醇（5.3）溶解定容至刻度。标准储备液避光-18℃保存，有效期为 3 个月。

5.6 标准使用液：10 mg/L：移取 1.0 mL 标准储备液（5.5）于 100 mL 容量瓶中，用甲醇（5.3）定容至刻度。标准使用液于-18℃保存，有效期为 30 天。

5.7 标准工作液：准确移取适量的标准使用液（5.6）于容量瓶中，使用空白基质溶液配制浓度为 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL 的苔黑醛和氯化苔黑醛系列标准工作溶液，用于标准工作曲线的绘制。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱-三重四极杆质谱联用仪（LC-MS/MS）：带电喷雾离子源（ESI）。
- 6.2 分析天平：感量 0.01 g、0.0001 g。
- 6.3 涡旋振荡器。
- 6.4 超声波清洗器。
- 6.5 离心机：最高转速不低于 10 000 r/min。

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取 1.0 g（精确至 0.01 g）试样，置于 15 mL 具塞离心管中，加入乙腈（5.2）至 10 mL，涡旋混合 1 min，超声提取 3 min，7 000 r/min 离心 3 min，取上清液经 0.22 μm 有机相滤膜过滤后，待测。

7.2 测定条件

7.2.1 液相色谱条件

由于仪器设备的多样性，因此不可能给出液相色谱仪的统一条件，采用下列测试条件已被证明对检测是合适的：

- 色谱柱：C₁₈ 柱，100 mm × 2.1 mm（内径），2.7 μm，或相当者；
- 流动相：A：水，B：乙腈，梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 1；
- 柱温：30 °C；
- 进样体积：5 μL；

表 1 液相色谱的梯度洗脱条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	流动相 A (体积分数%)	流动相 B (体积分数%)
0.00	0.30	90	10
1.00	0.30	90	10
2.00	0.30	30	70
5.50	0.30	30	70
6.00	0.30	90	10
8.00	0.30	90	10

7.2.2 质谱条件

由于仪器设备的多样性，因此不可能给出质谱仪的统一条件，采用下列测试条件已被证明对检测是合适的：

- a) 电离方式：电喷雾电离，负离子模式；
- b) 喷雾电压：-4500 V；
- c) 离子源温度：450 °C；
- d) 气帘气压力：30 psi；
- e) 雾化器压力：50 psi；
- f) 辅助气压力：50 psi；
- g) 检测方式：多反应监测（MRM），苔黑醛和氯化苔黑醛的质谱参数见表2；

表2 苔黑醛和氯化苔黑醛的质谱参数

化合物	母离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
苔黑醛	151.0	81.0	70	26
		123.0*	70	19
氯化苔黑醛	184.8	93.1	71	28
		157.1*	71	20

注：*为定量离子

7.2.3 定性测定

按照7.2.1和7.2.2仪器条件对样品提取液（7.1）进行测定。如果试样待测组分的保留时间与标准溶液中对应组分的保留时间一致（偏差在 $\pm 2.5\%$ 以内），且定性离子的相对丰度与浓度与浓度接近的标准溶液中对应组分的定性离子的相对丰度进行比较，相对偏差不超过表3规定的范围，可判定为试样中含有对应待测组分。

表3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度k	$> 50\%$	$50\% \geq k > 20\%$	$20\% \geq k > 10\%$	$\leq 10\%$
允许的相对偏差	$\pm 20\%$	$\pm 25\%$	$\pm 30\%$	$\pm 50\%$

7.2.4 定量测定

本方法采用外标法定量测定。以各自浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，以试样的峰面积定量。

苔黑醛和氯化苔黑醛标准物质的多反应监测质谱图参见附录B中图B.1。

在按照7.2.1和7.2.2仪器条件对样品提取液进行测定时，应确保样品提取液浓度在标准曲线范围内，如检测结果超出标准曲线的线性范围，应进行稀释后重新测定。

7.3 空白试验

除不称取试样外，按照7.1~7.2的步骤进行测定。

7.4 检出限和定量限

当取样量为1 g时，本方法的检出限为5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

8 结果计算

结果按下式计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m \times 1000} \times 1000$$

式中：

X_i ——试样中被测组分的含量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；

c_i ——从标准曲线得到的试样溶液中被测组分的质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

c_0 ——从标准曲线得到的空白样品溶液中被测组分的质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

V ——样液最终定容体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样质量，单位为克（ g ）。

结果保留三位有效数字。

9 回收率

在添加浓度 $15 \mu\text{g}/\text{kg}$ ~ $150 \mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内，回收率在80 % ~120 %之间。

10 精密度

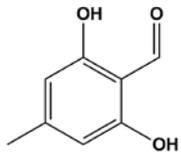
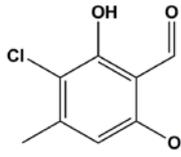
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不超过算术平均值的15%。

附录 A
(资料性)

苔黑醛和氯化苔黑醛标准物质信息表

苔黑醛和氯化苔黑醛的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量及化学结构式见表A.1

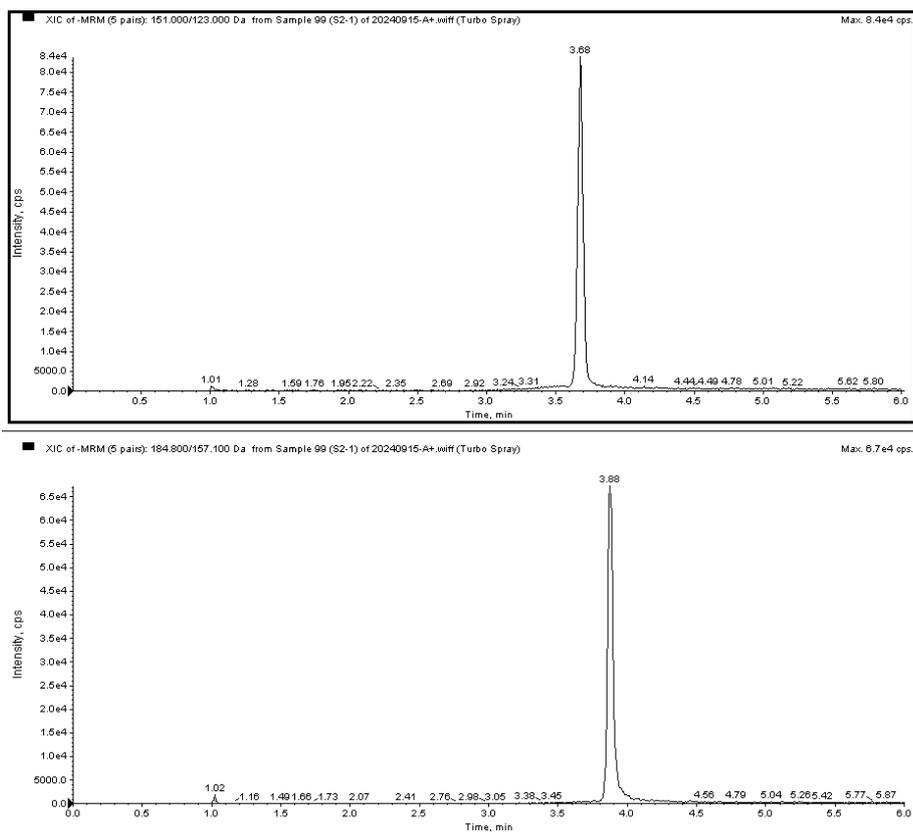
表 A.1 苔黑醛和氯化苔黑醛的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式相对分子质量和化学结构式

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
苔黑醛	Atranol	526-37-4	$C_8H_8O_3$	152.15	
氯化苔黑醛	Chloratranol	57074-21-2	$C_8H_7ClO_3$	186.60	

附录 B (资料性)

苔黑醛和氯化苔黑醛标准物质的多反应监测色谱图

苔黑醛和氯化苔黑醛标准物质的多反应监测色谱图见图B.1



图B.1 苔黑醛和氯化苔黑醛标准物质的多反应监测色谱图