

ICS 71.100.40

CCS Y43



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

洗涤用品中致敏性香精（香料） 成分的测定

Determination of allergenic fragrances (flavors) in detergents

(征求意见稿)

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 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《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》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。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC 272）归口。

本文件起草单位：

本标准主要起草人：

洗涤用品中致敏性香精（香料）成分的测定

1 范围

本文件描述了洗涤用品中致敏性香精（香料）成分的测定方法。

本文件适用于洗涤用品中致敏性香精（香料）成分的测定。

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

样品以乙酸乙酯为溶剂提取，采用气相色谱-质谱法测定，以选择离子监测模式进行测定，根据保留时间和特征离子的相对丰度比定性、定量离子峰面积定量，标准曲线法计算含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 乙酸乙酯，色谱纯；

5.1.1 各致敏性香料的标准品，参考附录 A；

5.2 氯化钠；

5.3 饱和氯化钠溶液

称取 40 g 氯化钠（5.3），置于 250 mL 磨口锥形瓶中，加入 100 mL 水，超声 15min，即得；

5.4 混合标准储备液的制备

准确称取各香料标准品（5.2）约 10 mg（称准至 0.000 1 g），置于同一 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯（5.1）溶解并定容，得混合标准储备溶液。精密量取混合标准储备溶液 1.0 mL 置于 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯（5.1）稀释至刻度，摇匀即得混合标准储备溶液。

5.5 系列标准工作溶液的制备

分别准确移取 0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、0.80 mL、1.00 mL 混合标准储备液（5.5）于 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度；分别制得质量浓度为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L 的标准溶液，该溶液现配现用。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪，配有电子轰击电离源（EI）；
 6.2 电子分析天平：分析天平，感量 0.000 01 g 和 0.000 1 g；
 6.3 超声波清洗机；
 6.4 有机系滤膜：0.22 μm；

7 测定步骤

7.1 样品制备

准确称取试样0.5 g（称准至0.001 g），于15 mL具塞离心管中，加入3 mL饱和氯化钠溶液（5.4），涡旋1 min，再加入5 mL乙酸乙酯（5.1），涡旋振荡1 min，冰浴超声15 min（工作频率20 kHz～43 kHz，200 W），上清溶液加入2 g无水硫酸钠（3.2）脱水，取上清液转移至另一10 mL具塞比色管中，用乙酸乙酯（5.1）稀释至刻度，摇匀。经0.22 μm滤膜过滤，滤液作为待测溶液备用（供试品溶液可根据实际浓度进行适当再稀释）。

7.2 仪器条件

- 7.2.1 色谱柱：100%聚乙二醇毛细管柱（30 m×0.25 mm×0.25 μm），或等效色谱柱；
 7.2.2 色谱柱升温程序：初始温度 50°C，保持 3 min，以 10°C/min 升至 230°C，保持 10 min；
 7.2.3 进样口温度：230°C；
 7.2.4 离子源温度：250°C；
 7.2.5 色谱-质谱接口温度：250°C；
 7.2.6 载气：氦气，纯度≥99.999%，流速 2.0 mL/min；
 7.2.7 电离方式：EI；
 7.2.8 电离能量：70eV；
 7.2.9 进样方式：分流进样，分流比 10：1；
 7.2.10 进样量：1.0 μL；
 7.2.11 测定方式：选择离子检测（SIM），选择检测离子（m/z）见表 3。

表3 检测离子参数

香料名称	定量离子	定性离子	
		121	136
苧烯	93	93	121
芳樟醇	71	93	121
2-辛炔酸甲酯	95	123	111
柠檬醛	69	94	109
香茅醇	69	95	123
香叶醇	69	93	81
α-异甲基紫罗兰酮	135	150	107
苯甲醇	79	108	107
羟基香茅醛	59	71	96

香料名称	定量离子	定性离子	
肉桂醛	131	132	103
丁香酚	164	131	103
戊基肉桂醛	129	117	145
茴香醇	138	109	121
肉桂醇	92	134	115
金合欢醇	69	81	41
异丁香酚	164	131	137
己基肉桂醛	129	216	117
香豆素	146	118	90
戊基肉桂醇	133	148	115
苯甲酸苄酯	105	212	194
水杨酸苄酯	91	228	92
肉桂酸苄酯	192	193	238

7.3 标准曲线的制作

将系列标准工作液(5.6)分别注入仪器中,得到各浓度标准工作液色谱图,测定相应的峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,标准溶液质谱图参见图A.1。

7.4 试样的测定

7.4.1 定性

在“7.2”分析条件下，取待测样品溶液（7.1）与标准溶液（5.6）在相同分析条件下测定，样品中检出色谱峰的保留时间与待测组分标准溶液一致，样品质谱图中所选择的监测离子均出现，样品色谱图中所选择的监测离子的相对丰度比与相当浓度标准溶液的离子相对丰度比的偏差不超过表4的规定，则可判定样品中存在该组分。

表4 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)	$k > 50\%$	$50\% \geq k > 20\%$	$20\% \geq k > 10\%$	$k \leq 10\%$
允许的最大偏差	$\pm 20\%$	$\pm 25\%$	$\pm 30\%$	$\pm 50\%$

7.4.2 定量

在“7.2”分析条件下，取“7.1”项下处理得到的待测溶液进样，测得峰面积，根据“7.3”项下的标准曲线得到样品溶液中待测香料的质量浓度，按“8.1”项下公式，计算样品中待测香料的含量。

8 分析结果表述

8.1 分析结果计算

试样中香料的含量 (ω) 按式(1)计算:

式中：

ω ——试样中香料的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ ——从标准曲线得到香料的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V ——试样溶液体积, 单位为毫升 (mL) ;

D ——试样溶液稀释倍数 (不稀释则取1) ;

m ——试样取样量, 单位为克 (g)。

8.2 分析结果表示及精密度

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 结果保留两位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的15%。

9 检出限和定量限

表 1 各类香料的检出浓度、最低定量浓度

香料名称	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	最低定量限 ($\mu\text{g/mL}$)	检出浓度 ($\mu\text{g/g}$)	最低定量浓度 ($\mu\text{g/g}$)
苧烯	0.005	0.015	0.1	0.3
芳樟醇	0.02	0.06	0.4	1.2
2-辛炔酸甲酯	0.01	0.03	0.2	0.6
柠檬醛	0.02	0.06	0.4	1.2
香茅醇	0.02	0.06	0.4	1.2
香叶醇	0.2	0.6	4	12
α -异甲基紫罗兰酮	0.005	0.015	0.1	0.3
苯甲醇	0.005	0.015	0.1	0.3
羟基香茅醛	0.2	0.6	4	12
肉桂醛	0.01	0.03	0.2	0.6
丁香酚	0.05	0.15	1	3
戊基肉桂醛	0.02	0.06	0.4	1.2
茴香醇	0.01	0.03	0.2	0.6
肉桂醇	0.02	0.06	0.4	1.2
金合欢醇	0.2	0.6	4	12
异丁香酚	0.2	0.6	4	12
己基肉桂醛	0.05	0.15	1	3
香豆素	0.01	0.03	0.2	0.6
戊基肉桂醇	0.05	0.15	1	3
苯甲酸苄酯	0.01	0.03	0.2	0.6
水杨酸苄酯	0.05	0.15	1	3
肉桂酸苄酯	0.05	0.15	1	3

附录 A

(资料性)

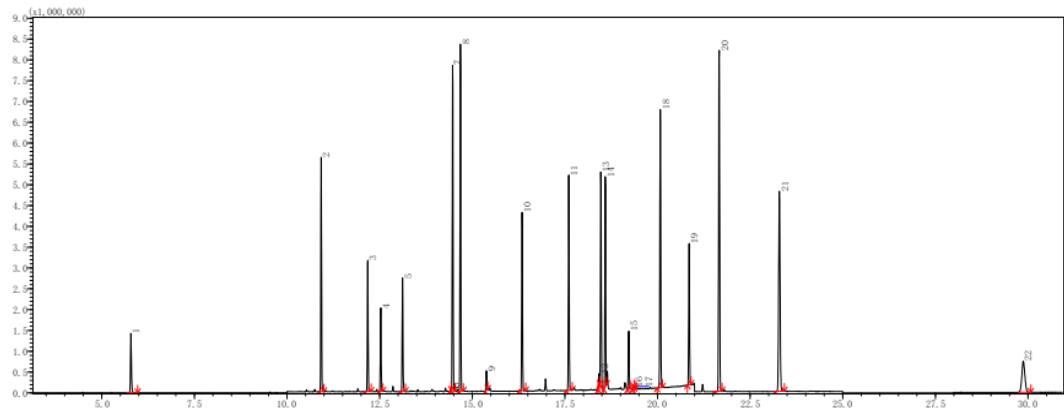
香料标准品信息表

A.1 测试中使用的各致敏性香料的标准品规格参考表 A.1。

表 A.1 各致敏性香料的标准品规格

编号	原料名称	纯度要求	化学式	CAS 号	相对分子量
1	苧烯	≥95%	C ₁₀ H ₁₆	5989-27-5	136.24
2	芳樟醇	≥98%	C ₁₀ H ₁₈ O	78-70-6	154.25
3	2-辛炔酸甲酯	≥98%	C ₉ H ₁₄ O ₂	111-12-6	154.21
4	柠檬醛	≥98%	C ₁₀ H ₁₆ O	5392-40-5	152.24
5	香茅醇	≥95%	C ₁₀ H ₂₀ O	106-22-9	156.27
6	香叶醇	≥98%	C ₁₀ H ₁₈ O	106-24-1	154.25
7	α-异甲基紫罗兰酮	≥70%	C ₁₄ H ₂₂ O	127-51-5	206.32
8	苯甲醇	≥98%	C ₇ H ₈ O	100-51-6	108.14
9	羟基香茅醛	≥98%	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	107-75-5	172.26
10	肉桂醛	≥98%	C ₉ H ₈ O	104-55-2	132.16
11	丁香酚	≥98%	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	97-53-0	164.20
12	戊基肉桂醛	≥95%	C ₁₄ H ₁₈ O	122-40-7	202.29
13	茴香醇	≥98%	C ₈ H ₁₀ O ₂	105-13-5	138.16
14	肉桂醇	≥98%	C ₉ H ₁₀ O	104-54-1	134.18
15	金合欢醇	≥95%	C ₁₅ H ₂₆ O	4602-84-0	222.37
16	异丁香酚	≥98%	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	97-54-1	164.20
17	己基肉桂醛	≥98%	C ₁₅ H ₂₀ O	101-86-0	216.32
18	香豆素	≥98%	C ₉ H ₆ O ₂	91-64-5	146.14
19	戊基肉桂醇	≥95%	C ₁₄ H ₂₀ O	101-85-9	204.31
20	苯甲酸苄酯	≥98%	C ₁₄ H ₁₂ O ₂	120-51-4	212.24
21	水杨酸苄酯	≥98%	C ₁₄ H ₁₂ O ₃	118-58-1	228.25
22	肉桂酸苄酯	≥98%	C ₁₆ H ₁₄ O ₂	103-41-3	238.28

A.2 苤烯等 22 种易致敏香精香料混合标准溶液总离子流图见图 A.1。



标引序号说明：

- 1 苤烯: 5.737 ; 2 芳樟醇: 10.878; 3 2-辛炔酸甲酯: 12.138; 4 柠檬醛: 12.494;
5 香茅醇: 13.494; 6 香叶醇: 14.386; 7 α -异甲基紫罗兰酮: 14.432; 8 苯甲醇: 14.647;
9 羟基香茅醛: 15.349; 10 肉桂醛: 16.314; 11 丁香酚: 17.575; 12 戊基肉桂醛: 18.446;
13 茴香醇: 18.567; 14 肉桂醇: 18.622; 15 异丁香酚: 19.199;
16 金合欢醇: 19.351; 17 己基肉桂醛: 19.380; 18 香豆素: 20.060;
19 戊基肉桂醇: 20.837; 20 苯甲酸苄酯: 21.650; 21 水杨酸苄酯: 23.291; 22 肉桂酸苄酯: 29.892 。

图 A.1 苤烯等 22 种易致敏香精香料混合标准溶液总离子流图