ICS 71.100.70
CCS Y42

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中新铃兰醛的测定 气相色谱-质谱法

Determination of Lyral in Cosmetics GC-MS

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

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：

化妆品中新铃兰醛的测定气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了化妆品中新铃兰醛的气相色谱-质谱测定方法。

本文件适用于水剂、乳液、膏霜类化妆品中新铃兰醛的测定。

本标准检出限为1 .0 mg/kg，定量限为2.5 mg/kg（均以两种异构体的总量计）。

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

试样加入乙腈后，涡旋振荡，超声提取，离心沉淀，分离过滤，采用气相色谱-质谱联用仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用色谱纯试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 乙腈。

5.3 无水硫酸钠，分析纯。

5.4 新铃兰醛：包含2个同分异构体，总纯度不小于95.0 %，CAS号分别为31906-04-4和51414-25-6，分子式$C_{13}H_{22}O_2$，相对分子量210.32。

5.5 标准储备液，1000 mg/L（以两种异构体的总量计）：准确称取 0.01 g（精确至 0.0001 g）标准品（5.4）于 10 mL 的容量瓶中，用乙腈（5.2）溶解稀释至刻度。标准储备溶液避光 -18 ℃ 保存，有效期为 6 个月。

5.6 标准使用液，10.0 mg/L（以两种异构体的总量计）：移取 1.0 mL 标准储备溶液（5.5）于 100 mL 容量瓶中，用乙腈（5.2）稀释至刻度。标准使用液于-18 ℃ 保存，有效期为 1 个月。

5.7 C_{18}粉末。

6 仪器设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪：配电子轰击源（EI）。

6.2 气相色谱仪：配火焰离子化（FID）检测器。

6.3 分析天平：感量为 0.0001 g。

6.4 超声波清洗机。

6.5 离心机，转速大于等于 10000 r/min。

6.6 涡旋振荡器。

7 分析步骤

7.1 提取

7.1.1 非水剂类化妆品

称取 1 g 试样（精确至 0.001 g）于 15 mL 具塞离心管中，加入 10 mL 乙腈（5.2），涡旋 1 min，超声提取 15 min，加入 2 g 无水硫酸钠（5.3），涡旋混合 1 min，10000 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL 加入 1 g C_{18} 粉末（5.7），涡旋混合 1 min，5000 r/min 离心 3 min，取上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，待测。

7.1.2 水剂类化妆品

称取 1 g 试样（精确至 0.001 g）于 15 mL 具塞离心管中，加入 10 mL 乙腈（5.2），加入 2 g 无水硫酸钠（5.3），涡旋混合 1 min，5000 r/min 离心 3 min，取上清液 5 mL 加入 1 g C_{18} 粉末（5.7），涡旋混合 1 min，5000 r/min 离心 3 min，取上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，待测。

7.3 测定

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 气相色谱分离条件如下：

a）色谱柱：DB-17ms（50%-苯基-甲基聚硅氧烷），毛细管柱：30 m×0.25 mm（内径）×0.25 μm，或相当者；
b）载气：氦气，纯度不小于 99.999 %，流速：1.0 mL/min；
c）色谱柱升温程序：起始温度 40 ℃保持 2 min，以 8 ℃/min 的速率升温至 250 ℃，保持 1 min，以 30 ℃/min 的速率升温至 300 ℃，保持 3 min；
d）传输线温度：280 ℃；
e）进样口温度：280 ℃；
f）进样方式：无分流；
g）进样量：1 μL。

7.3.1.2 质谱测定条件如下：

a）电子轰击源：70 eV；
b）离子源温度：230 ℃；
c）四级杆温度：150 ℃；
d） 扫描方式：选择离子扫描，特征选择离子：CAS 31906-04-4：105（定量离子）、107、136、163，CAS 51414-25-6：136（定量离子）、149、177、192。

7.3.2 定性测定

在上述仪器条件下进行样品测定时，如果试样待测液和标准品的选择离子色谱峰在相同保留时间处出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合表1的规定，则判断样品中存在对应的待测物。

表 1 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	允许的相对偏差
>50 %	±10 %
>20 %且≤50 %	±15 %
>10 %且≤20 %	±20 %
≤10 %	±50 %

7.3.3 定量测定

标准品中两种异构体各自的含量，可以将标准储备液（5.5）按照7.3.1.1的气相色谱分离条件以火焰离子化（FID）检测器采用面积归一化法计算，两种异构体的浓度之和为1000mg/L。

本文件采用校准曲线法定量测定。将标准使用液（5.6）分别稀释至0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.5 mg/L、5.0 mg/L（均以两种异构体的总量计），按照7.3.1条件进行测定，以两个异构体各自的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

标准物质新铃兰醛的特征选择离子监测（SIM）色谱图参见附录A中的图A.1。

按照7.3.1条件对样品提取液进行测定，应确保样品液浓度在标准曲线范围内，如检测结果超出标准曲线线性范围，应进行稀释后重新测定。

7.4 平行试验

按照 7.1~7.3 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，按照 7.1~7.3 的步骤进行空白操作。

7.6 检出限和定量限

当取样量为 1 g 时，本文件检测方法检出限为 1.0 mg/kg，定量限为 2.5 mg/kg。

8 结果计算

试样中新铃兰醛两种异构体含量的计算按公式（1）进行：

$$X_i = \frac{(C_i - C_{i0}) \times V \times 1000 \times f}{m_i \times 1000} \quad \cdots\cdots（1）$$

式中：

X_i ——试样中被测异构体的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_i ——从标准工作曲线得到的试样溶液中被测异构体的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_{i0} ——从标准工作曲线得到的空白溶液中被测异构体的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品称样量，单位为克（g）；

f ——稀释倍数；

1000——换算系数。

新铃兰醛总量以两个异构体之和计，按公式（2）计算：

$$X=X_1+X_2 \qquad \cdots\cdots (2)$$

X——新铃兰醛总量；

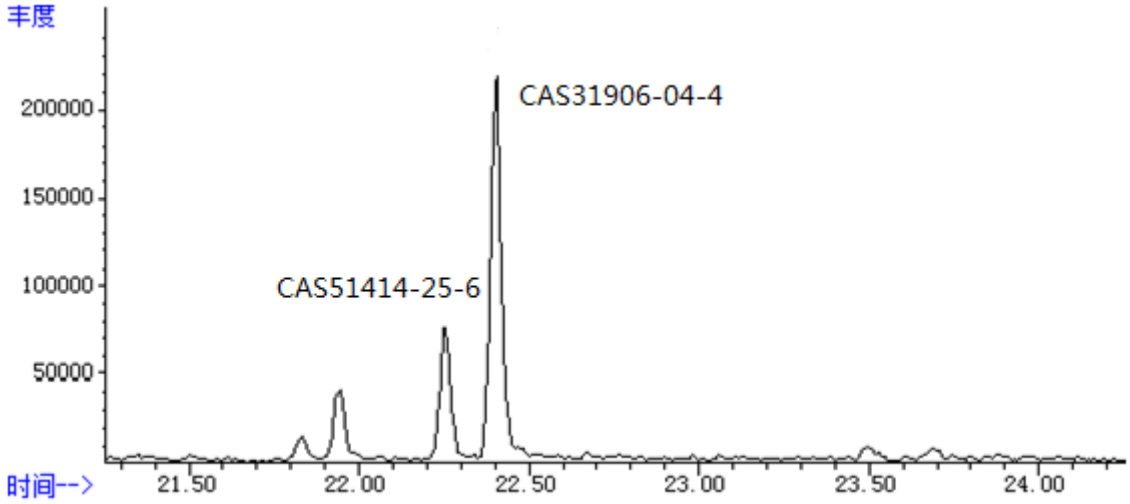
X_1——异构体 CAS 31906-04-4 的含量；

X_2——异构体 CAS 51414-25-6 的含量。

结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15 %。

附录 A
（资料性附录）
新铃兰醛的特征选择离子监测（SIM）色谱图

新铃兰醛的特征选择离子监测（SIM）色谱图见图A.1。