



中华人民共和国国家标准

GB/T 35952—2018

化妆品中十一烯酸及其锌盐的 测定 气相色谱法

Determination of undecylenic acid and zinc undecylenate in
cosmetics—Gas chromatography

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中国轻工业联合会提出。
本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。
本标准起草单位：上海市日用化学工业研究所、中国检验检疫科学研究院。
本标准主要起草人：于单、沈敏、马强、李新实、李文涛、白桦。



化妆品中十一烯酸及其锌盐的 测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品(膏霜、乳液、化妆水)和洗手液类产品中十一烯酸及其锌盐的气相色谱测定方法。

本标准适用于化妆品(膏霜、乳液、化妆水)和洗手液类产品中十一烯酸及其锌盐的测定。

本方法对十一烯酸及其锌盐的检出限为 12 mg/kg(0.001 2%),定量限为 40 mg/kg(0.004 %)(均以酸计)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

十一烯酸及其锌盐经硫酸甲醇溶液甲酯化后,生成的十一烯酸甲酯采用正己烷萃取,正己烷层经 0.45 μm 滤膜过滤后,注入气相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 正己烷。

4.3 氯化钠。

4.4 浓硫酸。

4.5 十一烯酸、十一烯酸锌标准物质:十一烯酸和十一烯酸锌的英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A 中的表 A.1,纯度均不小于 95%。

4.6 十一烯酸标准溶液:准确称取十一烯酸 0.1 g(精确至 0.01 g)于 100 mL 容量瓶中,甲醇(4.1)定容至刻度,摇匀,得浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液,将标准储备液稀释至浓度为 50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L 的标准溶液。冰箱冷藏保存。

4.7 5%硫酸-甲醇溶液:取约 50 mL 甲醇(4.1)于 100 mL 烧杯中,搅拌下滴加 5 mL 浓硫酸(4.4),冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,甲醇定容至刻度。

4.8 饱和氯化钠溶液:取一定量氯化钠(4.3),加水配制成饱和氯化钠溶液。

5 仪器

5.1 气相色谱仪配有氢火焰离子检测器(GC-FID)。

5.2 分析天平(感量 0.000 1 g)。

5.3 超声波清洗器。

5.4 恒温水浴锅。

5.5 0.45 μm 有机微孔滤膜。

6 测定步骤

6.1 标准工作溶液处理

取各浓度十一烯酸标准溶液(4.6)1 mL,加入 5 mL5%硫酸-甲醇溶液(4.7),置于 65 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中反应 1 h,取出冷却后,准确加入 2.5 mL 正己烷(4.2),涡旋混匀,再加入 2 mL 饱和氯化钠溶液(4.8),涡旋混匀,静置分层后,滴加 2 mL 蒸馏水洗涤有机层,静置,取上层有机层过滤后进样。

6.2 样品处理

准确称取 0.25 g 样品,加入 5 mL5%硫酸-甲醇溶液(4.7),超声 10 min 提取,甲酯化步骤同 6.1。

6.3 测定

6.3.1 色谱条件

色谱条件如下:

- a) 色谱柱: HP-5 毛细管柱(30.0 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm)或相当极性色谱柱;
- b) 升温程序:初始温度 100 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min,15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 240 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min;
- c) 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$,检测器温度:260 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 载气流速:1 mL/min;
- e) 进样量:1 μL ;
- f) 分流比:30:1。

6.3.2 标准工作曲线绘制

将十一烯酸标准工作溶液(6.1)注入气相色谱仪中,按 6.3.1 色谱条件进行检测,分别以十一烯酸甲酯色谱峰峰面积为纵坐标,甲酯化前体系中十一烯酸总含量为横坐标,绘制十一烯酸标准工作曲线。十一烯酸标准溶液甲酯化气相色谱图参见附录 B 中的图 B.1。

6.3.3 试样测定

将样品溶液(6.2)注入气相色谱仪中,按 6.3.1 色谱条件进行测定,由色谱峰的峰面积可从标准曲线上求出相应的十一烯酸总含量,样品溶液中的被测物的响应值应在标准曲线线性范围之内。当被测物含量高于线性范围上限时,需对样品溶液进行稀释后再测定。

6.3.4 定性确证

采用气相色谱法对样品进行定性确证,如果样品溶液的色谱峰保留时间与标准品相一致,则可确认样品溶液中含十一烯酸甲酯,即样品中含十一烯酸或十一烯酸锌盐。

6.4 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

6.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

结果按式(1)计算。

$$X_i = \frac{m_i}{m \times 10^3} \times 100$$

.....(1)

式中：
 X_i ——样品中十一烯酸或十一烯酸锌盐(以酸计)的质量分数，%；
 m_i ——由标准曲线得出的样液中十一烯酸含量,单位为毫克(mg)；
 m ——样品质量,单位为克(g)。

8 回收率和精密度

在添加浓度为 0.1%~0.25% 的浓度范围内,十一烯酸回收率在 85.13%~112.49%之间,相对标准偏差在 0.72%~7.07%之间,十一烯酸锌的回收率在 86.83%~98.82%之间,相对标准偏差在 0.15%~3.08%之间。

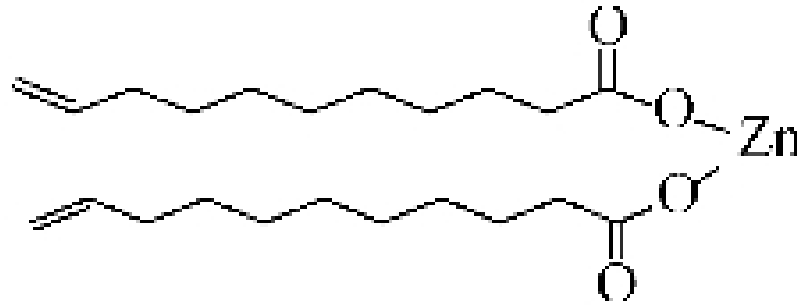
9 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
十一烯酸和十一烯酸锌标准物质信息

十一烯酸和十一烯酸锌的英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见表 A.1。

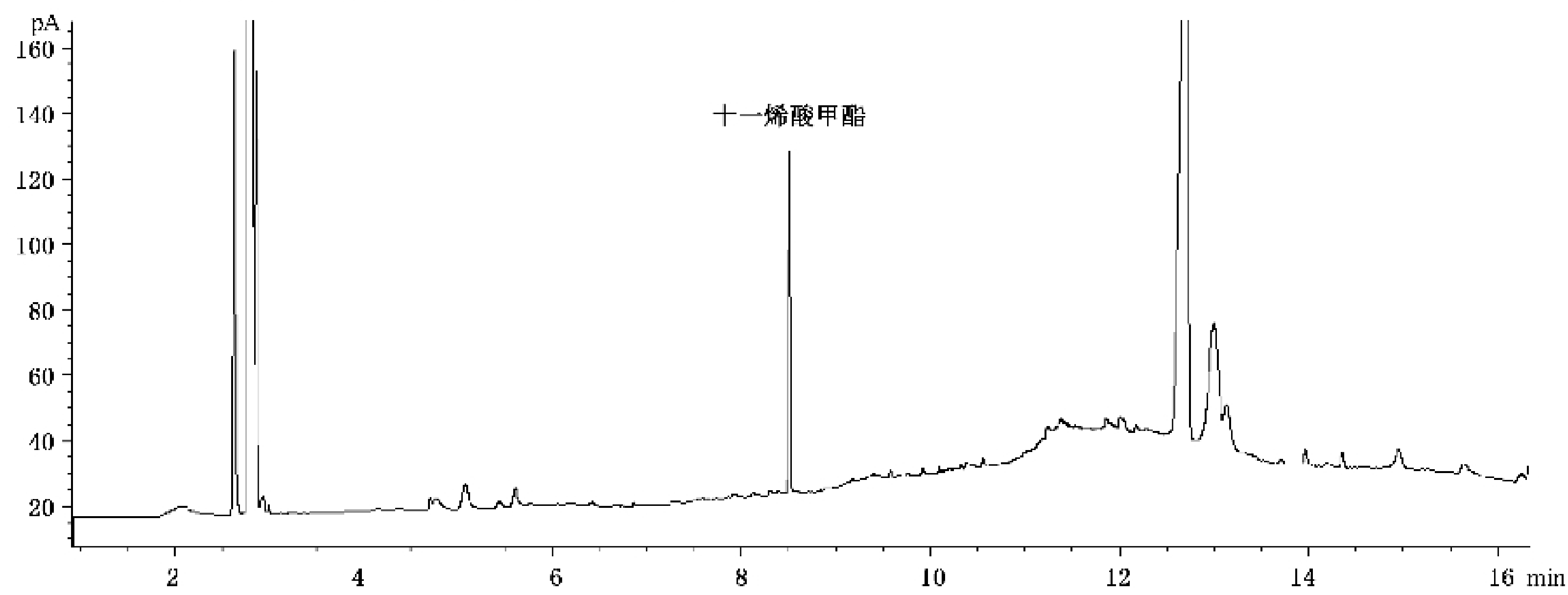
表 A.1 十一烯酸和十一烯酸锌的英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

中文名称	十一烯酸	十一烯酸锌
英文名称	Undec-10-enoic acid	Zinc Undecylenate
CAS 号	112-38-9	557-08-4
分子式	C ₁₁ H ₂₀ O ₂	C ₂₂ H ₃₈ O ₄
相对分子质量	184.275 3	431.92
结构式		



附 录 B
(资料性附录)
十一烯酸标准溶液甲酯化气相色谱图

十一烯酸标准溶液甲酯化气相色谱图参见图 B.1。



注：十一烯酸甲酯的保留时间为 8.486 min。

图 B.1 十一烯酸标准溶液甲酯化气相色谱图