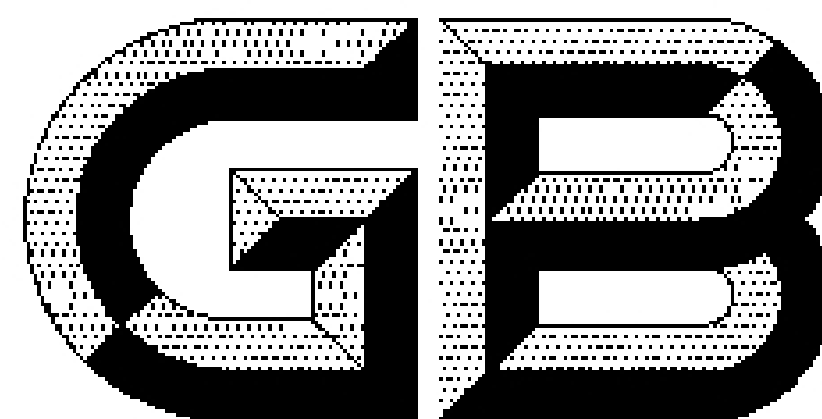




中华人民共和国国家标准

GB/T 30088—2013

化妆品中甲基丁香酚的测定 气相色谱/质谱法

Determination of methyl eugenol in cosmetics by gas
chromatography/mass spectrometry method

2013-12-17 发布

2014-03-01 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 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

本标准由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)归口。

本标准起草单位：国家化妆品质量监督检验中心(北京)、北京市海淀区产品质量监督检验所、中检联盟(北京)质检技术研究院。

本标准主要起草人：周相娟、赵玉琪、许华、刘艳琴、吴燕涛、曹红。



化妆品中甲基丁香酚的测定

气相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中甲基丁香酚的气相色谱/质谱测定方法。
本标准适用于水剂类、膏霜乳液类、唇膏类等化妆品中甲基丁香酚的测定。

2 原理

样品经溶剂提取,离心分离后,上层清液经微孔滤膜过滤,滤液采用气相色谱/质谱法测定,选择离子和色谱保留时间定性,外标法定量。

3 试剂与材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯。

- 3.1 无水乙醇。
- 3.2 无水硫酸钠。
- 3.3 氯化钠。
- 3.4 正己烷:色谱纯。
- 3.5 甲基丁香酚标准样品,具体信息见表 1。

表 1 甲基丁香酚标准样品信息

中文名称	INCI 名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量	纯度
甲基丁香酚	Methyl Eugenol	93-15-2	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	178.23	≥98%

- 3.6 甲基丁香酚标准储备液:准确称取标准样品 0.100 0 g,用无水乙醇(3.1)配成 1 000 μg/mL 的标准储备液,4 ℃冰箱保存。
- 3.7 标准工作溶液:取适量甲基丁香酚标准储备液(3.6),用无水乙醇(3.1)配制成质量浓度分别为 0.01 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL 的系列标准工作溶液。此系列标准工作液应现用现配。
- 3.8 微孔滤膜:0.22 μm,有机相。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱/质谱联用仪(GC-MS):配有电子轰击离子源(EI)。
- 4.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 4.3 离心机:离心力不低于 6 000 g。
- 4.4 超声波清洗器。

5 分析步骤

5.1 样品制备

5.1.1 水剂类样品

准确称取样品 0.2 g(精确至 0.000 1 g),用无水乙醇(3.1)定容至 10 mL,混匀后,超声提取 20 min,取上清液,加入约 2 g 的无水硫酸钠(3.2)脱水,经滤膜(3.8)过滤,滤液用气相色谱/质谱测定。

5.1.2 膏霜乳液类样品

准确称取样品 0.2 g(精确至 0.000 1 g),用无水乙醇(3.1)定容至 10 mL,混匀后,超声提取 20 min,加入氯化钠(3.3)0.2 g,混匀,提取液移入离心管中以 6 000 g 离心 5 min,取上清液,加入约 2 g 的无水硫酸钠(3.2)脱水,经滤膜(3.8)过滤,滤液用气相色谱/质谱测定。

5.1.3 唇膏类样品

准确称取样品 0.2 g(精确至 0.000 1 g),加入 2 mL 正己烷(3.4)溶解样品,用无水乙醇(3.1)定容至 10 mL,混匀后,超声提取 20 min,提取液移入离心管中以 6 000 g 离心 5 min,取上清液,加入约 2 g 的无水硫酸钠(3.2)脱水,经滤膜(3.8)过滤,滤液用气相色谱/质谱测定。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱/质谱分析条件

- 5.2.1.1 色谱柱:HP-INNOWAX 石英毛细管柱,30 m × 0.25 mm (i.d.)×0.25 μm,或性能相当者。
- 5.2.1.2 色谱柱升温程序:初温 60 °C,保持 1 min,然后以 20 °C/min 升至 160 °C,保持 5 min,再以 40 °C/min 升至 220 °C,保持 13 min。
- 5.2.1.3 进样口温度:220 °C。
- 5.2.1.4 色谱/质谱接口温度:260 °C。
- 5.2.1.5 载气:氮气,纯度≥99.999%。
- 5.2.1.6 流速:1.0 mL/min。
- 5.2.1.7 进样量:1 μL。
- 5.2.1.8 进样方式:分流进样。
- 5.2.1.9 分流比:10 : 1。
- 5.2.1.10 电离方式:EI。
- 5.2.1.11 电离能量:70 eV。
- 5.2.1.12 溶剂延迟:8 min。
- 5.2.1.13 监测方式:选择离子监测(SIM)。

选择离子:如表 2 所示。

表 2 甲基丁香酚的分子式、相对分子质量、定量离子、定性离子和丰度比

化学名称	分子式	相对分子质量	定量离子	定性离子和丰度比
甲基丁香酚	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	178.23	178(100)	103 : 147 : 163 (14 : 24 : 28)



5.2.2 标准工作曲线的绘制

将浓度为 0.01 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL 的系列标准工作溶液(3.7)按色谱条件(5.2.1)进行测定,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。

甲基丁香酚标准样品的选择离子监测色谱图参见图 A.1。

甲基丁香酚标准样品的质谱图参见图 A.2。

5.2.3 定量分析

样品溶液(5.1)按色谱条件(5.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,由色谱峰的峰面积可从标准工作曲线上求出相应的甲基丁香酚的浓度。待测样品中甲基丁香酚的响应值应在标准工作曲线的线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。

5.2.4 定性确证



进行样品测定时如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中所选择的离子均出现,丰度比与标准样品的离子丰度比一致(偏差不得超过表 3 规定的范围),则可判断样品中存在甲基丁香酚。

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/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

5.3 空白试验

除不称取样品外,均按上述样品处理步骤和测定条件进行。

5.4 平行试验

按以上步骤,对同一样品进行平行试验测定。

6 结果计算

样品中甲基丁香酚的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times k \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

.....(1)

式中:

X ——样品中甲基丁香酚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样品测定液中甲基丁香酚的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

k ——稀释倍数;

m ——样品的质量,单位为克(g)。

注: 计算结果需扣除空白值。测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

7 检出限与定量限

水剂和膏霜乳液类化妆品的检出限为 0.15 mg/kg,定量限为 0.5 mg/kg;唇膏类化妆品的检出限为 0.6 mg/kg,定量限为 2.0 mg/kg。

8 允许差

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 10%。



附 录 A
(资料性附录)
标准样品色谱图

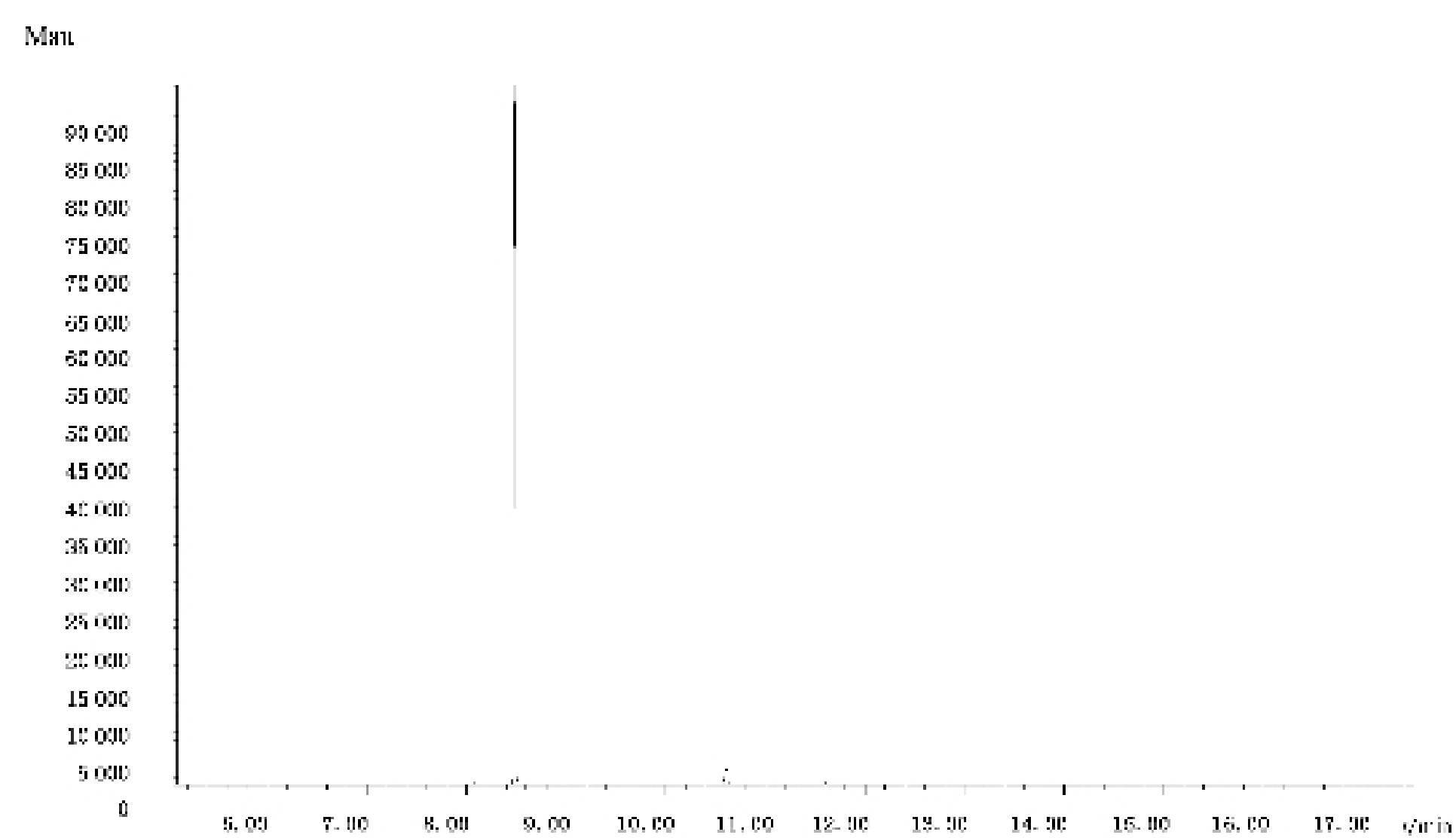


图 A.1 甲基丁香酚标准样品的选择离子监测色谱图

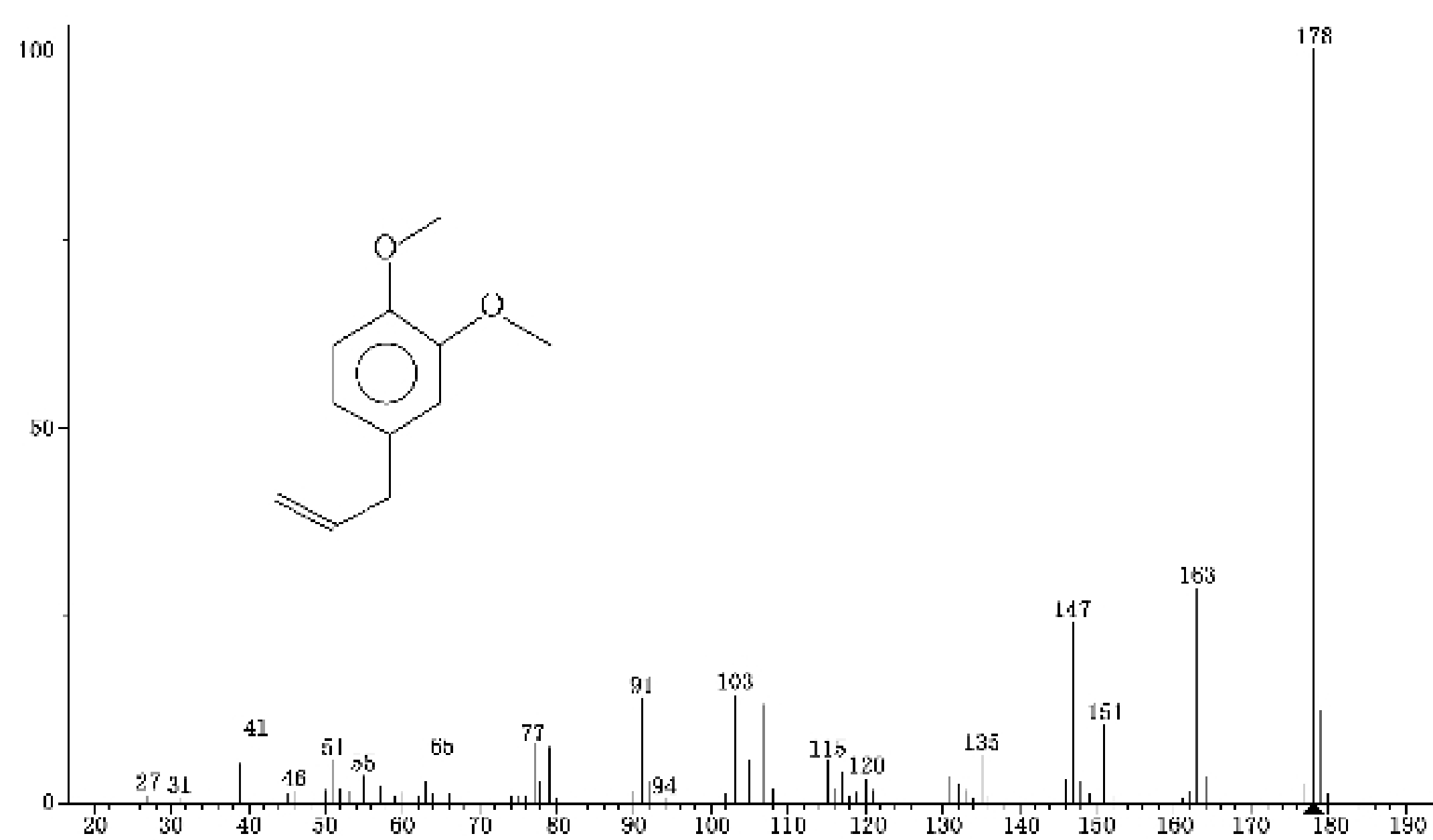


图 A.2 甲基丁香酚标准样品的质谱图