



中华人民共和国国家标准

GB/T 40639—2021

化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定

Determination of banned trichloroacetic acid in cosmetics

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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)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(北京)质量技术中心有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司、御家汇股份有限公司、完美(广东)日用品有限公司、广东丸美生物技术股份有限公司、广东芭薇生物科技股份有限公司、广东利诚检测技术有限公司、中检联盟(北京)质检技术研究院有限公司。

本文件主要起草人：翁史昱、杨保刚、吕庆、张翠格、陆壹、符昌雨、赵艳菊、施敬文、彭亚锋、葛宇、孟杰、戴跃锋、黄瑞娟、孙怀庆、孙云起、冷群英、韦秀胆、郑存哲、陈冬阳。



化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定

1 范围

本文件规定了气相色谱-质谱法测定化妆品中三氯乙酸的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算和精密度。

本文件适用于化妆水、膏霜和乳液类化妆品中三氯乙酸的测定。

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

样品在酸性条件下用甲基叔丁基醚萃取，萃取液经氮气吹干后，用硫酸乙醇溶液衍生，使样品中的三氯乙酸形成三氯乙酸乙酯，用正己烷萃取，注入气相色谱-质谱联用仪分析，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，仅使用分析纯试剂。

- 5.1 水，GB/T 6682，一级。
- 5.2 乙醇(C₂H₆O)，色谱纯。
- 5.3 正己烷(C₆H₁₄)，色谱纯。
- 5.4 甲基叔丁基醚(C₅H₁₂O)，色谱纯。
- 5.5 硫酸(H₂SO₄)。
- 5.6 氯化钠(NaCl)，使用前置于 450 °C 马弗炉烘烤 2 h~3 h，存放于干燥器内。
- 5.7 无水硫酸钠(Na₂SO₄)，使用前置于 450 °C 马弗炉烘烤 2 h~3 h，存放于干燥器内。
- 5.8 三氯乙酸标准品，纯度不小于 99.0%，CAS 号：76-03-9。
- 5.9 三氯乙酸标准储备液，1.0 mg/mL：准确称取三氯乙酸标准品(5.8)0.1 g(精确到 0.000 1 g)于 100 mL 容量瓶中，用乙醇(5.2)溶解并稀释至刻度。三氯乙酸标准储备液在 -18 °C 下保存，贮存期 6 个月。
- 5.10 三氯乙酸标准工作溶液：将三氯乙酸标准储备液(5.9)用乙醇(5.2)稀释成一系列质量浓度为 0.50 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL 的标准工作溶液，现用现配。

5.11 有机相滤膜:孔径 0.22 μm 。

6 仪器设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪,配电子轰击电离源(EI)。

6.2 分析天平,感量为 0.001 g 和 0.000 1 g。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 氮吹仪。

6.5 离心机,转速 $\geq 8\,000\text{ r/min}$ 。

6.6 水浴锅。



7 试验步骤

7.1 提取

称取 1 g 样品(精确至 0.001 g)于 15 mL 离心管中,加入 2 mL 水(5.1),0.5 mL 硫酸(5.5),摇匀,再加入约 1 g 氯化钠(5.6),摇匀。加入 3 mL 甲基叔丁基醚(5.4),涡旋振荡 1 min,以 8 000 r/min 离心 2 min,吸取上层清液,重复提取一次,合并有机相。在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下氮气吹干,加入 2 mL 乙醇(5.2)溶解,待衍生。

7.2 衍生

7.2.1 样品衍生

在提取液(7.1)中加入约 1 g 无水硫酸钠(5.7),0.7 mL 硫酸(5.5),摇匀,置于 70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴(6.6)中衍生 1 h。冷却至室温后加入 5 mL 水(5.1),5.0 mL 正己烷(5.3),涡旋振荡 1 min,以 8 000 r/min 离心 2 min,取上清液,加 1 g 无水硫酸钠(5.7)干燥,经微孔滤膜(5.11)过滤后进气相色谱-质谱联用仪分析。

7.2.2 标准系列工作溶液衍生

吸取标准系列工作溶液(5.10)各 2.0 mL,分别置于不同的 15 mL 离心管中,相当于含有三氯乙酸 1.0 μg 、2.0 μg 、4.0 μg 、10.0 μg 、20.0 μg ,按 7.2.1 步骤衍生。

7.3 测定条件

7.3.1 气相色谱分离条件

由于仪器设备的多样性,因此不可能给出气相色谱分离条件的普遍参数,采用下列测试条件已被证明对检测是合适的:

- 色谱柱:固定相为含有 5% 苯基的甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,30 m $\times$ 0.25 mm(膜厚 0.25 μm),或性能相当者;
- 进样口温度:210 $^{\circ}\text{C}$;
- 柱温:程序升温,40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min,以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 70 $^{\circ}\text{C}$,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 280 $^{\circ}\text{C}$,保持 3 min;
- 载气:高纯氮(纯度 $>99.999\%$),流速 1.0 mL/min;
- 进样方式:分流进样,分流比 5 : 1;
- 进样量:1.0 μL 。

7.3.2 质谱测定条件

由于仪器设备的多样性,因此不可能给出质谱测定条件的普遍参数,采用下列测试条件已被证明对检测是合适的:

- a) 电离方式:电子轰击电离源(EI);
- b) 电离能量:70 eV;
- c) 传输线温度:280 ℃;
- d) 离子源温度:230 ℃;
- e) 监测方式:选择离子监测模式(SIM);
- f) 选择监测离子:定量离子 117,定性离子 119、82、29。

7.4 测定

按 7.3 测定条件设定气相色谱质谱联用仪(6.1),分别对试样溶液(7.2.1)及标准系列工作溶液(7.2.2)进行测定。如果试样溶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符合表 1 规定的相对偏差,则判断样品中存在三氯乙酸。三氯乙酸衍生物典型选择离子流图见附录 A。

表 1 定性时相对离子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 %

本文件采用外标校准曲线法定量测定。标准系列工作溶液(7.2.2)对应的三氯乙酸的量为横坐标,定量离子的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。样品中三氯乙酸的响应值应在仪器的线性范围内,超过线性范围则应适当稀释后重新测定。

7.5 空白试验

除不称取试样外,按照 7.1~7.4 的步骤进行空白试验。

7.6 平行试验

操作者应评估试验结果的精密度,当精密度不能满足本文件第 9 章要求时,应通过平行试验来确定分析方法的有效性,每个样品的平行测定次数不少于 2 次。

7.7 检出限和定量限

在本文件规定的试验条件下测定,检出限为 0.3 mg/kg,定量限为 1.0 mg/kg。

8 结果计算

试样中三氯乙酸的含量按公式(1)计算:

$$X = \frac{m'}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \times f$$

.....(1)

式中：

X ——样品中三氯乙酸的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

m' ——从标准曲线查得样品中三氯乙酸的质量，单位为微克(μg)；

m ——样品质量，单位为克(g)；

f ——稀释倍数。

计算结果应扣除空白值，计算结果保留三位有效数字。

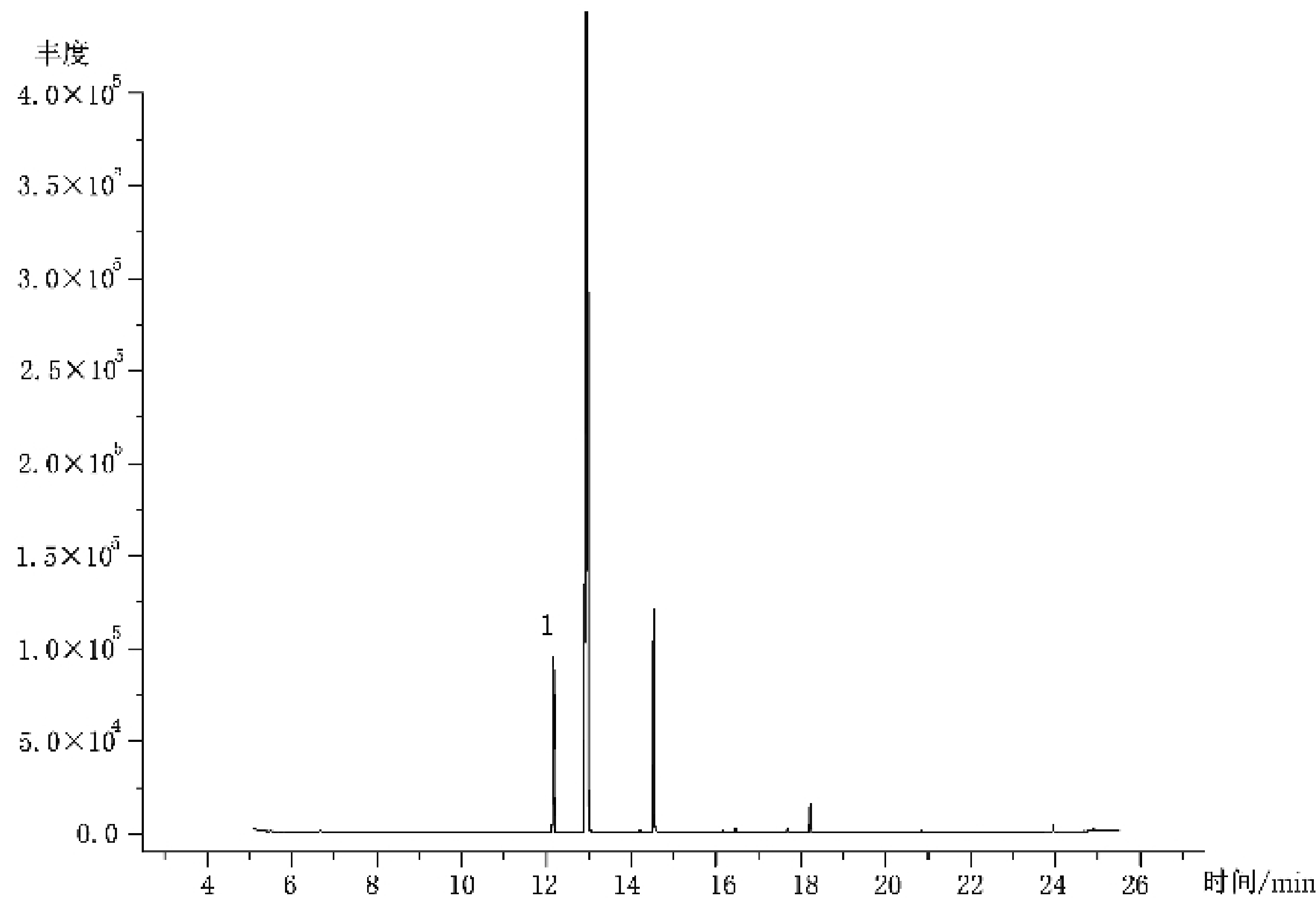
9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两次测定值的算术平均值的10%。



附 录 A
(资料性)
三氯乙酸衍生物选择离子流图

三氯乙酸衍生物选择离子流图见图 A.1。



标引序号说明：
1——三氯乙酸衍生物(选择监测离子：117、119、82、29)。

图 A.1 三氯乙酸衍生物选择离子流图