



中华人民共和国国家标准

GB/T 40845—2021

化妆品中壬二酸的检测 气相色谱法

Determination of azelaic acid in cosmetics—
Gas chromatography method

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、上海市医疗器械化妆品审评核查中心、御家汇股份有限公司、广东丸美生物技术股份有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司、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：周耀斌、赵艳菊、宁啸骏、兰旭、陆志芸、虞成华、夷婧、周静、刘恕、顾宇翔、孟杰、戴跃锋、孙云起、邹亚雄、郑存哲、陈冬阳。



化妆品中壬二酸的检测 气相色谱法

1 范围

本文件规定了气相色谱法测定化妆品中壬二酸的原理、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、乳液和面膜类化妆品中壬二酸的测定。

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

试样在浓硫酸和乙醇条件下衍生，用正己烷萃取，浓缩后，经气相色谱分离，氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

- 5.1 水，GB/T 6682，二级。
- 5.2 无甲醇乙醇，色谱纯，取 1.0 μ L 注入气相色谱仪，应无杂峰出现，无甲醇检出。
- 5.3 正己烷，色谱纯。
- 5.4 浓硫酸。
- 5.5 碳酸氢钠。
- 5.6 饱和碳酸氢钠溶液：取足量的碳酸氢钠(5.5)于 500 mL 烧杯中，用水溶解至有碳酸氢钠析出，存放于 500 mL 试剂瓶中，保持瓶底有碳酸氢钠粉末。
- 5.7 壬二酸标准品：纯度不小于 98.0%，CAS 号：123-99-9，分子式 $C_9H_{16}O_4$ ，相对分子质量 188.22。
- 5.8 壬二酸标准储备液，10.0 mg/mL：准确称取壬二酸标准品(5.7)1 g，精确到 0.000 1 g，于 100 mL 的容量瓶中，用无甲醇乙醇溶解(5.2)并定容，即得质量浓度为 10.0 mg/mL 的壬二酸标准储备液，-18 $^{\circ}$ C 保存，保质期 6 个月。
- 5.9 标准工作曲线溶液：用无甲醇乙醇(5.2)将上述标准储备液(5.8)分别配成一系列质量浓度 50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L、2 500 mg/L、5 000 mg/L 的标准工作溶液，

—18℃保存,保质期1个月。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器(FID)。

6.2 分析天平,感量为0.000 1 g,0.01 g。

6.3 离心机,转速大于或等于5 000 r/min。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 氮吹仪。

7 试验步骤

7.1 样品处理

7.1.1 称取样品1 g(精确至0.001 g)于15 mL刻度管中,加2 mL无甲醇乙醇(5.2),涡旋混合1 min,加0.8 mL浓硫酸(5.4),涡旋混合1 min,常温下衍生10 min,此为衍生液。

7.1.2 加入5 mL正己烷(5.3)于衍生液中,涡旋混合2 min后,离心(转速 $\geq 5\,000$ r/min)5 min,吸取上层正己烷层于50 mL刻度管中。

7.1.3 下层经提取后的衍生液层,按7.1.2步骤再次加入5 mL正己烷(5.3),重复提取两次,合并三次正己烷层提取液于50 mL刻度管中。

7.1.4 在正己烷提取液(7.1.3)中逐滴加入等体积的饱和碳酸氢钠溶液(5.6),盖上盖子,振荡并注意不断放气,离心(转速 $\geq 5\,000$ r/min)5 min。吸取正己烷层于15 mL刻度管,室温氮吹至3.0 mL左右,转移至5.0 mL容量瓶中,用少许正己烷(5.3)洗涤15 mL刻度管,合并于5.0 mL容量瓶中,准确定容至刻度,此为试样液,待上机测定。

注:若被测组分含量较高,可用正己烷(5.3)将试样液稀释后再测定。

7.2 标准工作曲线的制备

准确吸取不同浓度的标准工作溶液(5.9)各1 mL,分别置于不同的15 mL刻度管中,加入2 mL无甲醇乙醇(5.2),按照7.1样品处理方法进行衍生、萃取、氮吹、定容。衍生后,标准工作曲线的质量浓度为10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L。

7.3 测定条件

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:

- a) 色谱柱:5%苯基-甲基聚硅氧烷,30 m $\times$ 0.250 mm(膜厚0.25 μ m),或相当者;
- b) 载气:氮气;流速:1.0 mL/min;
- c) 进样口温度:260℃;
- d) 进样量:1 μ L;
- e) 分流比:5:1;
- f) 检测器:温度280℃,氢气流量30 mL/min,空气流量300 mL/min;
- g) 升温程序:初始60℃(保持2min),以10℃/min升温至150℃(保持1min),以5℃/min升温至165℃(保持2min),以25℃/min升温至250℃。

注:载气、氢气、空气流速随仪器而异,操作者可根据仪器及色谱柱等差异,通过试验选择最佳操作条件,使壬二酸

衍生物与化妆品中其他组分峰获得完全分离。

7.4 标准工作曲线绘制

分别吸取 1 μL 标准工作溶液(7.2),按 7.3 的测定条件进行仪器设置,将标准样品以浓度由低到高次序进样测定,以标准物质峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。

7.5 定量测定

吸取 1 μL 样品提取液(7.1.4),按 7.3 的测定条件进行仪器设置,对样品进行测定。采用外标法定量测定,所测样品中被测组分的响应值均应在标准工作曲线的线性范围内。

壬二酸衍生物色谱图参考附录 A。对于阳性结果,必要时可参照附录 B 的方法进行确证。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按 7.1~7.3 的步骤进行空白操作。

7.7 检出限和定量限

本方法的检出限为 15 mg/kg,定量限为 50 mg/kg。

8 结果计算

试样中壬二酸含量的计算按公式(1)计算:

$$X = \frac{\rho \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \dots\dots\dots(1)$$

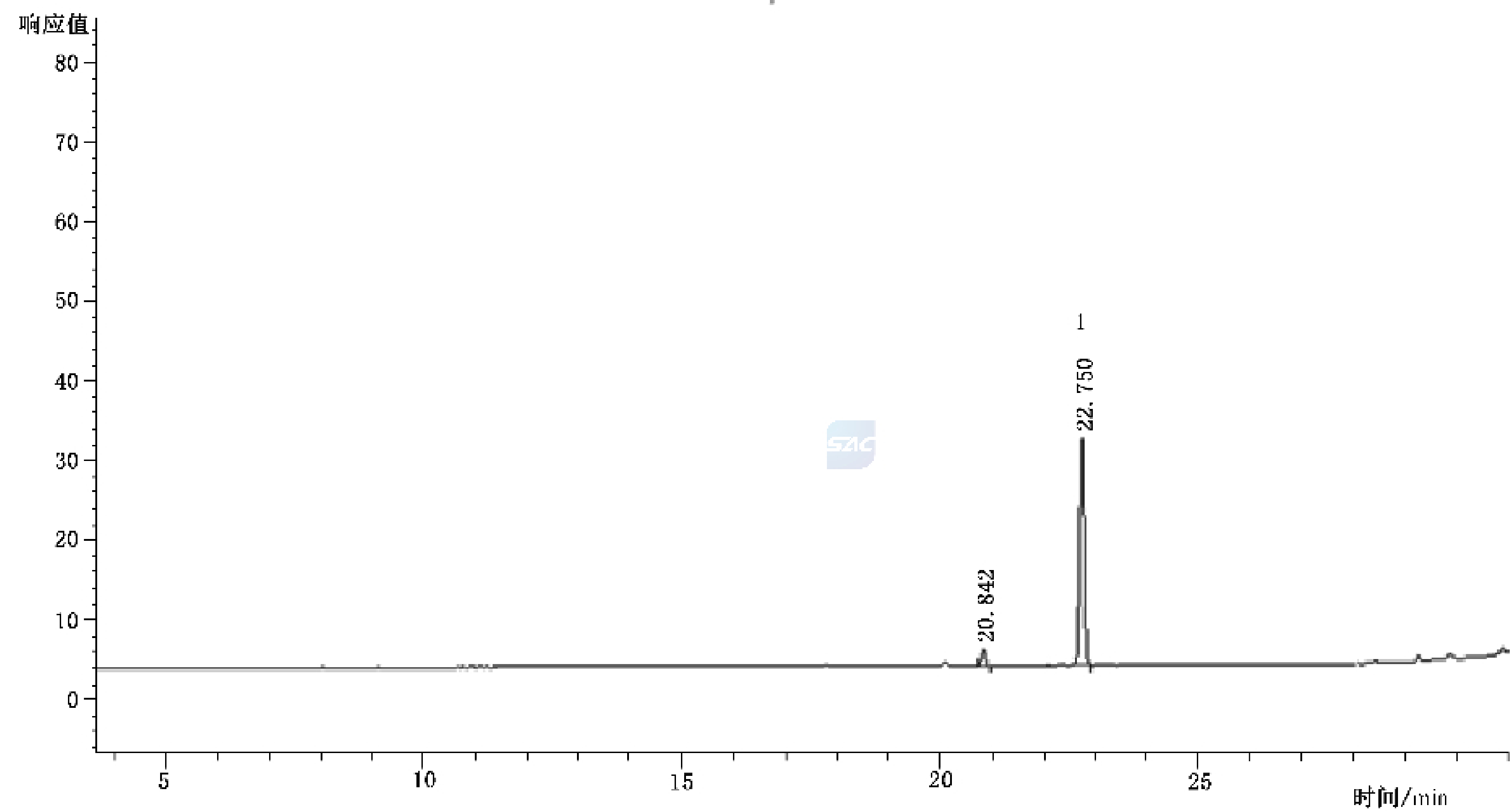
- 式中:
- X ——样品中壬二酸的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - ρ ——从标准曲线查得样品液中壬二酸的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V ——样品的定容体积,单位为毫升(mL);
 - m ——样品质量,单位为克(g);
 - f ——稀释倍数;
 - 1 000 ——换算系数。
- 计算结果保留三位有效数字。

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个测定值的算术平均值的 10%。

附录 A
(资料性)
壬二酸衍生物色谱图

壬二酸衍生物气相色谱图见图 A.1。



标引序号说明：
1——壬二酸二乙酯。

图 A.1 壬二酸衍生物气相色谱图

附录 B
(资料性)

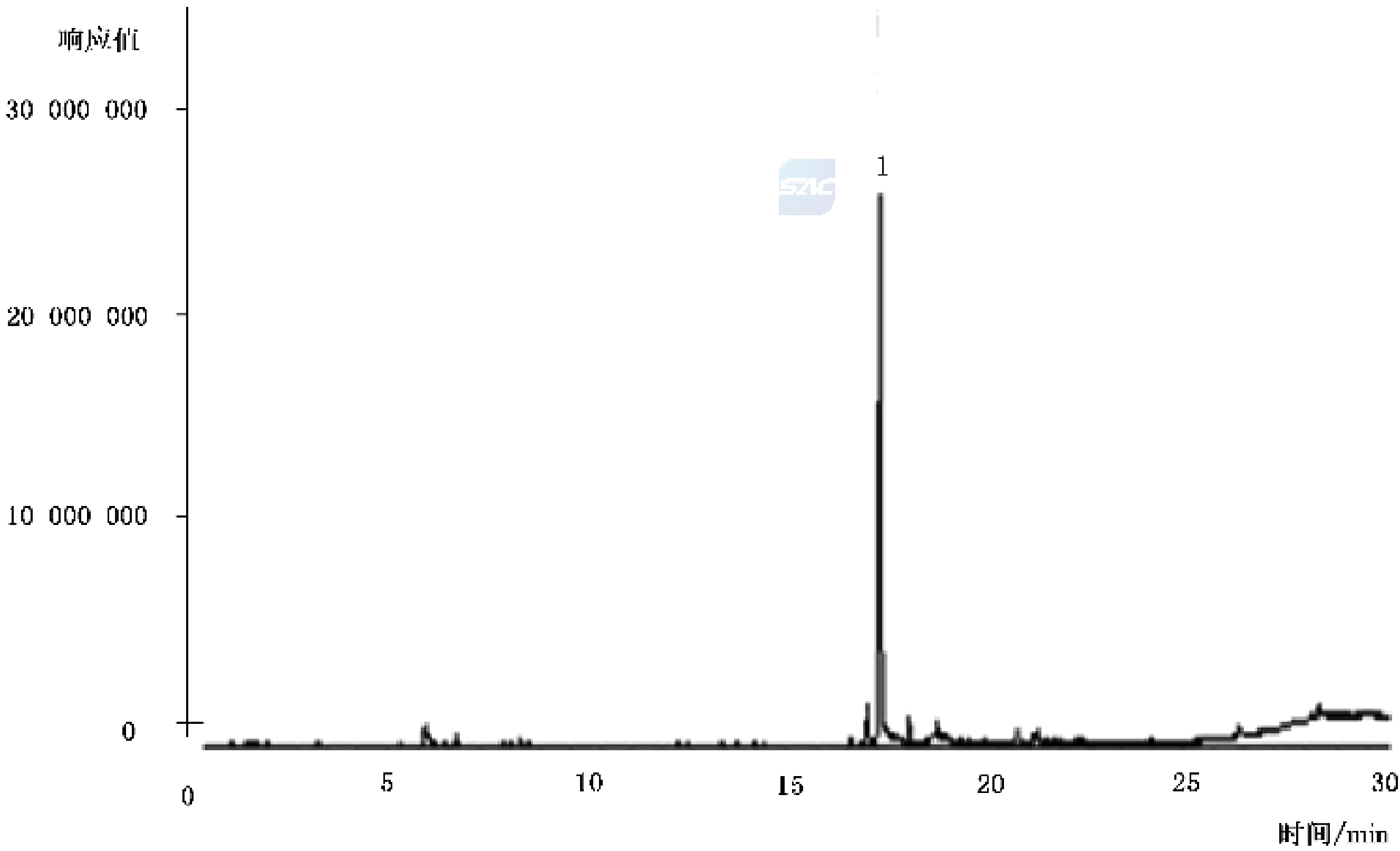
壬二酸气相色谱-质谱法确证试验

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:

- a) 色谱柱:5%苯基-甲基聚硅氧烷,30 m×0.250 mm(膜厚 0.25 μm),或相当者;
- b) 升温程序:80 °C(保留 2 min),20 °C/min 升温至 250 °C,保持 6 min;
- c) 进样口温度 260 °C;
- d) 分流比 50 : 1;
- e) 电离方式:EI;
- f) MS 检测器温度 230 °C;
- g) 传输线温度 280 °C;
- h) 扫描离子范围 50 amu~550 amu;
- i) 载气:氦气,1.0 mL/min;
- j) 进样量:1.0 μL。

注:操作者可根据仪器及色谱柱等差异,通过试验选择最佳操作条件,使壬二酸衍生物与化妆品中其他组分峰获得完全分离。

壬二酸二乙酯总离子流图见图 B.1,质谱图见图 B.2。



标引序号说明:
1——壬二酸二乙酯。

图 B.1 壬二酸二乙酯总离子流图

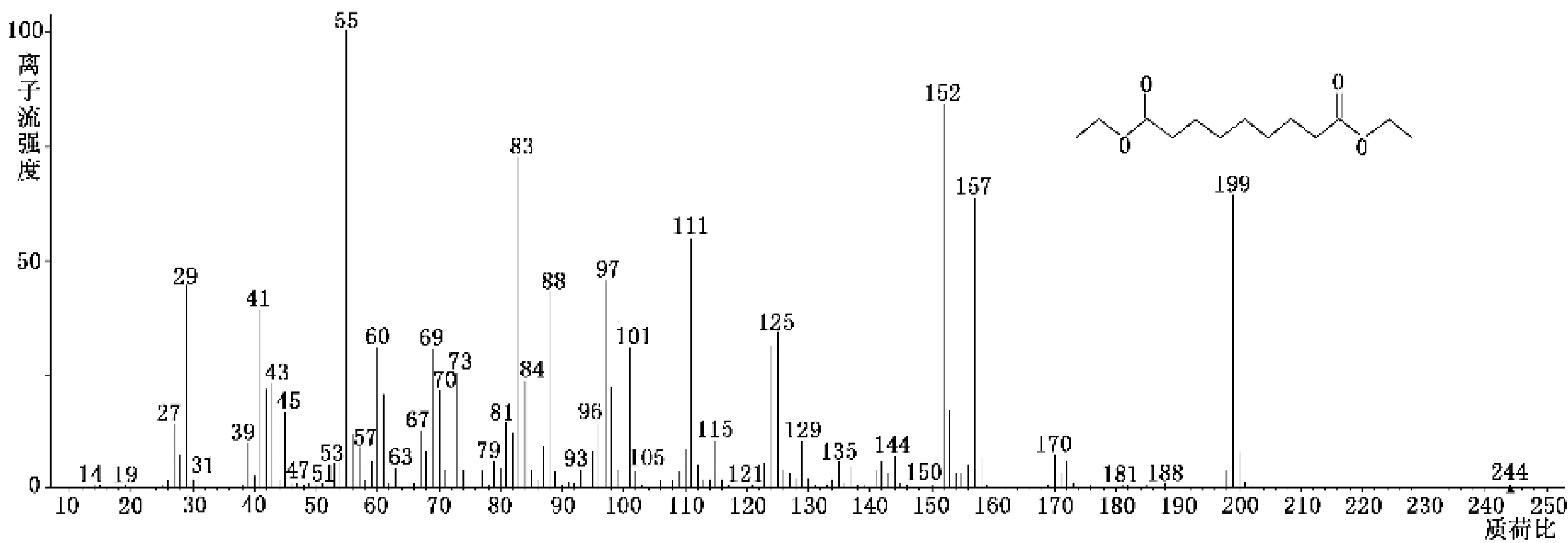


图 B.2 壬二酸二乙酯质谱图

按上述仪器条件进行样品测定,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在表 B.1 规定的允许误差范围内,则判定样品中存在对应的待测物。

表 B.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%	±20%
>20%且≤50%	±25%
>10%且≤20%	±30%
≤10%	±50%