



中华人民共和国国家标准

GB/T 31407—2015

化妆品中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的测定 气相色谱法

Determination of iodopropynyl butylcarbamate in cosmetics—
Gas chromatography method

2015-05-15 发布

2015-09-30 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。

本标准起草单位:广州质量监督检测研究院、广州立白企业集团有限公司、广州市洁宝日用品有限公司、国家化妆品质量监督检验中心(广州)、广州市科能化妆品科研有限公司、广东丸美生物技术股份有限公司。

本标准主要起草人:冼燕萍、吴玉銮、刘春生、罗海英、陈意光、陈立伟、王莉、王斌、杨晓昕、董浩、黄宇锋、郭长虹、谢文斌、杨作毅、孔令超、欧阳步青、方永生。



化妆品中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的气相色谱(GC)测定方法和气相色谱-质谱联用(GC-MS)确证方法。

本标准适用于化妆品中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的测定。

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

试样中的碘丙炔醇丁基氨甲酸酯经溶剂超声提取,无水硫酸钠脱水后,用气相色谱法测定,外标法定量,采用气相色谱-质谱联用法定性确证。

4 试剂和材料

4.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 四氢呋喃:分析纯。

4.4 碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准物质:纯度 $\geq 99\%$;CAS:55406-53-6。

4.5 无水硫酸钠:分析纯,于 650 °C 灼烧 4 h,储存于密闭干燥器中。

4.6 氯化钠:分析纯。

4.7 甲醇-四氢呋喃溶液: $V(\text{甲醇})+V(\text{四氢呋喃})=7+3$ 。

4.8 甲醇-水溶液: $V(\text{甲醇})+V(\text{水})=7+3$ 。

4.9 标准贮备液(5.0 mg/mL):准确称取标准物质(4.4)50.0 mg,用甲醇溶解并定容至 10 mL。

4.10 标准工作液:移取适量标准贮备液(4.9),用甲醇逐级稀释成质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$, 0.050 $\mu\text{g/mL}$, 0.20 $\mu\text{g/mL}$, 1.00 $\mu\text{g/mL}$, 2.00 $\mu\text{g/mL}$, 5.00 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作液。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:配电子捕获检测器(ECD)检测器。

5.2 气相色谱-质谱联用仪:配电子轰击源(EI)源。

5.3 分析天平:精度为 0.1 mg 和 0.01 g。

5.4 超声波清洗仪:超声功率 250 W。

5.5 涡旋振荡器。

5.6 离心机:转速不低于 2 500 r/min。

5.7 滤膜:尼龙滤膜,孔径 0.22 μm 。

6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 水剂类、粉类化妆品

称取试样 0.1 g~0.2 g(精确至 0.000 1 g)于 10 mL 刻度玻璃试管中,加入 5 mL~7 mL 甲醇,涡旋振荡混匀 1 min,超声提取 15 min,定容至 10 mL,2 500 r/min 离心 5 min,取 2 mL 提取液用 1 g 无水硫酸钠脱水,过 0.22 μm 滤膜,待测定。

6.1.2 乳液类、啫喱类化妆品

称取试样 0.2 g(精确至 0.000 1 g)于 10 mL 刻度玻璃试管中,加入 5 mL~7 mL 甲醇,涡旋振荡混匀 1 min,超声提取 15 min,定容至 10 mL,加入约 1 g 氯化钠,涡旋振荡,2 500 r/min 离心 5 min,取 2 mL 提取液用 1 g 无水硫酸钠脱水,过 0.22 μm 滤膜,待测定。

6.1.3 蜡基类化妆品

称取试样 0.1 g(精确至 0.000 1 g)于 10 mL 刻度玻璃试管中,加入 5 mL~7 mL 甲醇-四氢呋喃溶液(4.7),涡旋振荡混匀 1 min,超声提取 15 min,定容至 10 mL,加入约 1 g 氯化钠,涡旋振荡,2 500 r/min 离心 5 min,取 2 mL 提取液用 1 g 无水硫酸钠脱水,过 0.22 μm 滤膜,待测定。

6.1.4 膏霜类化妆品

称取试样 0.2 g(精确至 0.000 1 g)于 10 mL 刻度玻璃试管中,加入 5 mL~7 mL 甲醇-水溶液(4.8),涡旋振荡混匀 1 min,超声提取 15 min,定容至 10 mL,加入约 1 g 氯化钠,涡旋振荡,2 500 r/min 离心 5 min,取 2 mL 提取液用 1 g 无水硫酸钠脱水,过 0.22 μm 滤膜,待测定。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:5%苯基+95%甲基聚硅氧烷柱(DB-5),30 m $\times$ 250 μm $\times$ 0.25 μm ,或相当者;
- b) 进样口温度:240 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 升温程序:初始温度 90 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 190 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min,再以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 300 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min;
- d) 进样量:1.0 μL ;
- e) 分流比:20:1;
- f) 载气:氮气,纯度 $\geq 99.999\%$,恒流 1.0 mL/min;
- g) 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2 气相色谱法测定

分别测定系列标准工作液和试样溶液。碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液的气相色谱图参见附录 A。以碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的浓度为横坐标、相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

试样溶液中的碘丙炔醇丁基氨甲酸酯根据保留时间定性,由试样溶液的峰面积,从标准曲线上查出相应的碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的浓度。试样溶液中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的响应值应在标准曲线的线性范围之内,超出线性范围的试样溶液需用甲醇稀释后测定。必要时用气相色谱-质谱联用法定性确证(6.3)。

6.3 气相色谱-质谱联用法定性确证

在设定的仪器条件(参见附录 B)下,试样溶液和标准工作液的选择离子色谱峰在相同保留时间处(±0.5%)出现,且试样溶液的相对离子丰度与标准工作液的相对离子丰度的相对偏差不超过表 1 规定的范围,则可判定样品中存在碘丙炔醇丁基氨甲酸酯。碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液的气相色谱-质谱图参见附录 A。

表 1 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/%	±10	±15	±20	±50

6.4 平行试验

按 6.1~6.2 对同一试样进行平行试验。

6.5 空白试验

除不加入试样外,均按 6.1~6.2 进行测定。

6.6 添加试验

选取代表性基质试样,添加一定浓度的标准工作液,混合均匀,在室温下放置 30 min,然后按 6.1~6.2 进行测定,计算回收率。

7 计算

按式(1)计算试样中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的含量:

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times f \times 1\,000}$$

.....(1)

式中:

- w ——试样中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——试样溶液中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯峰面积对应的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c₀ ——空白试样中碘丙炔醇丁基氨甲酸酯的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V ——试样最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——回收率,%。

计算结果保留 2 位有效数字。

8 检出限

粉类和蜡基类化妆品的检出限均为 0.8 mg/kg;水剂类、膏霜类、乳液类和啫喱类化妆品的检出限

均为 0.4 mg/kg。

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)

碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液色谱图

碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液的色相色谱图见图 A.1, 气相色谱-质谱图见图 A.2, 质谱图见图 A.3。

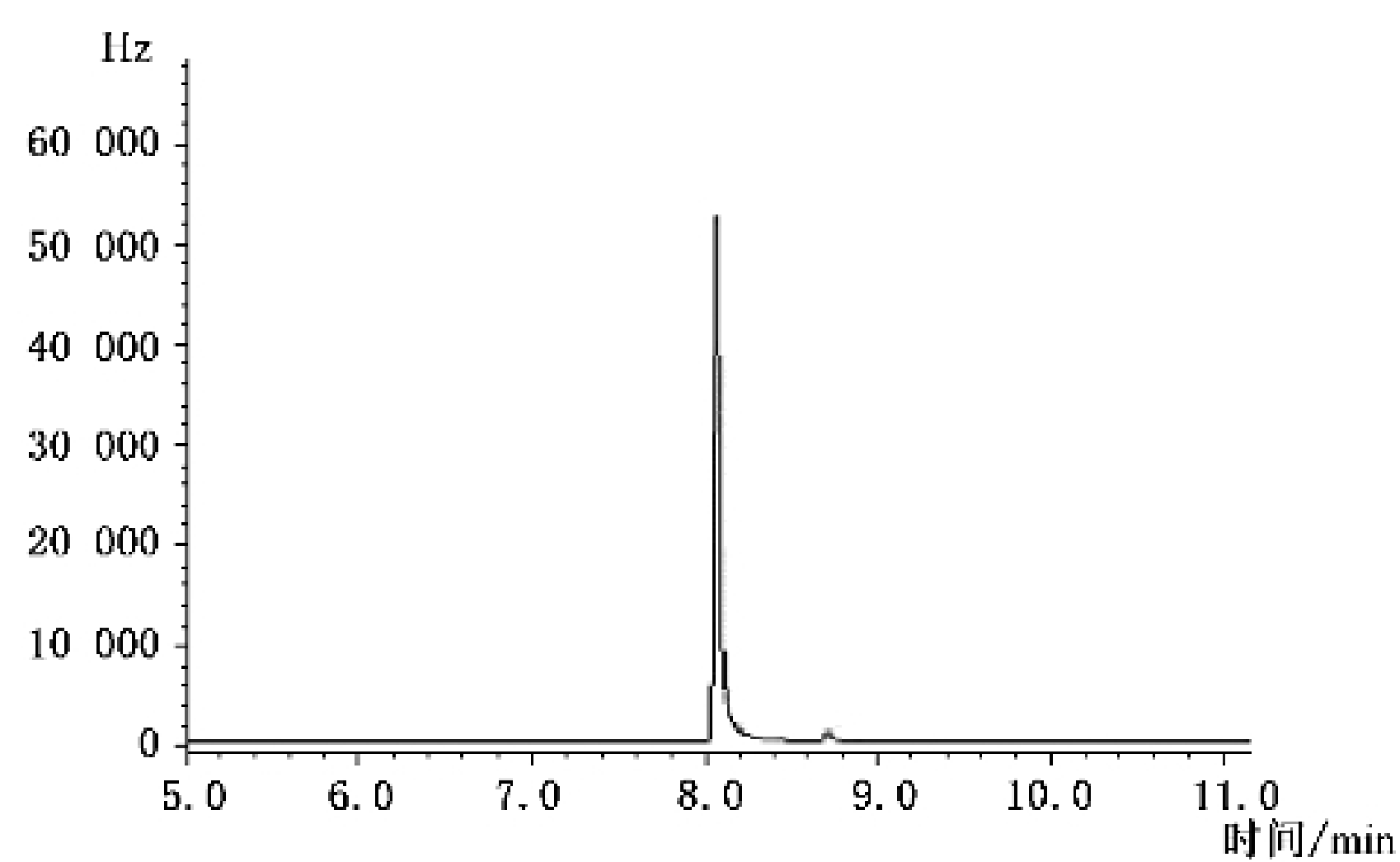


图 A.1 碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液的气相色谱图

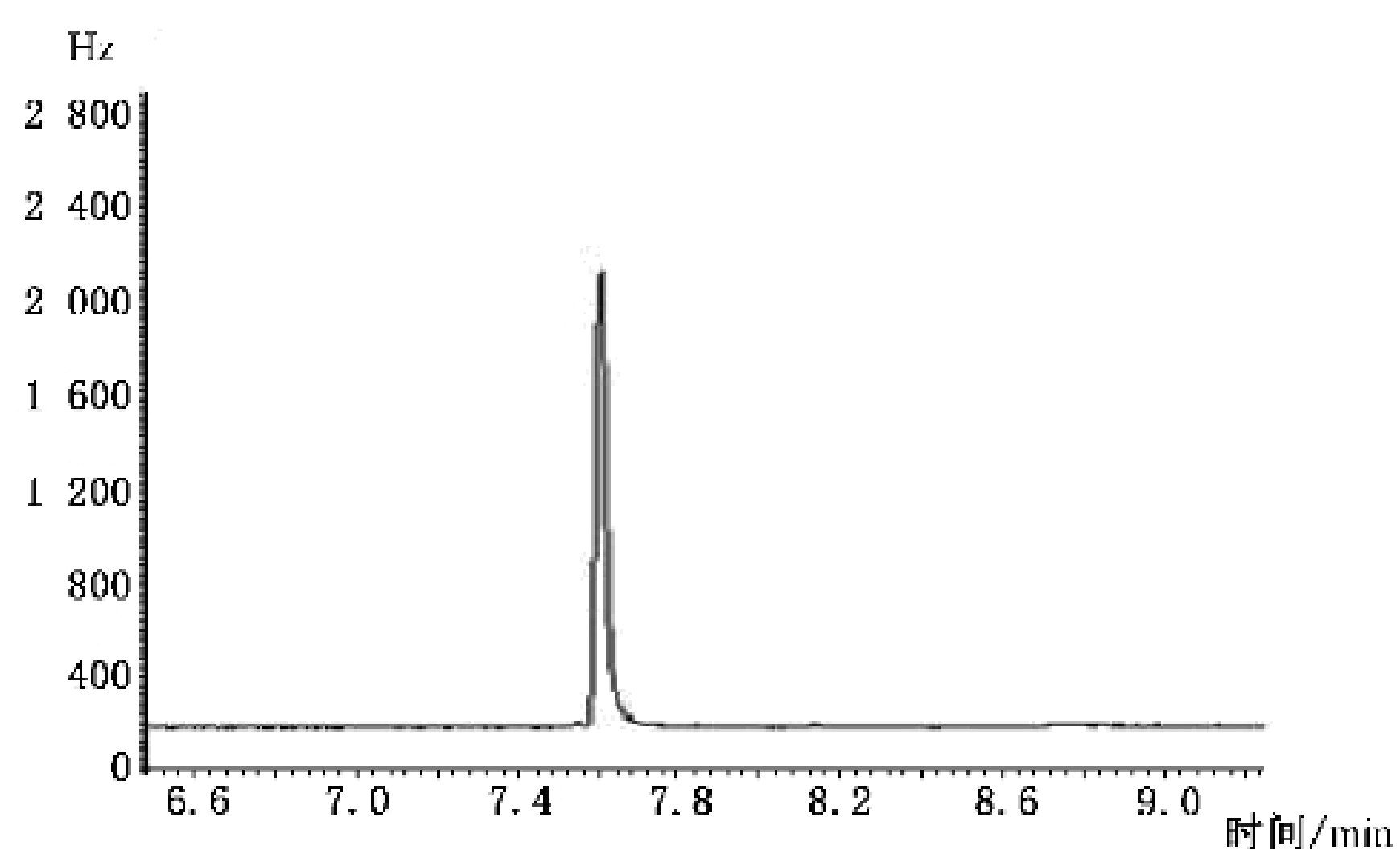


图 A.2 碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液的气相色谱-质谱图

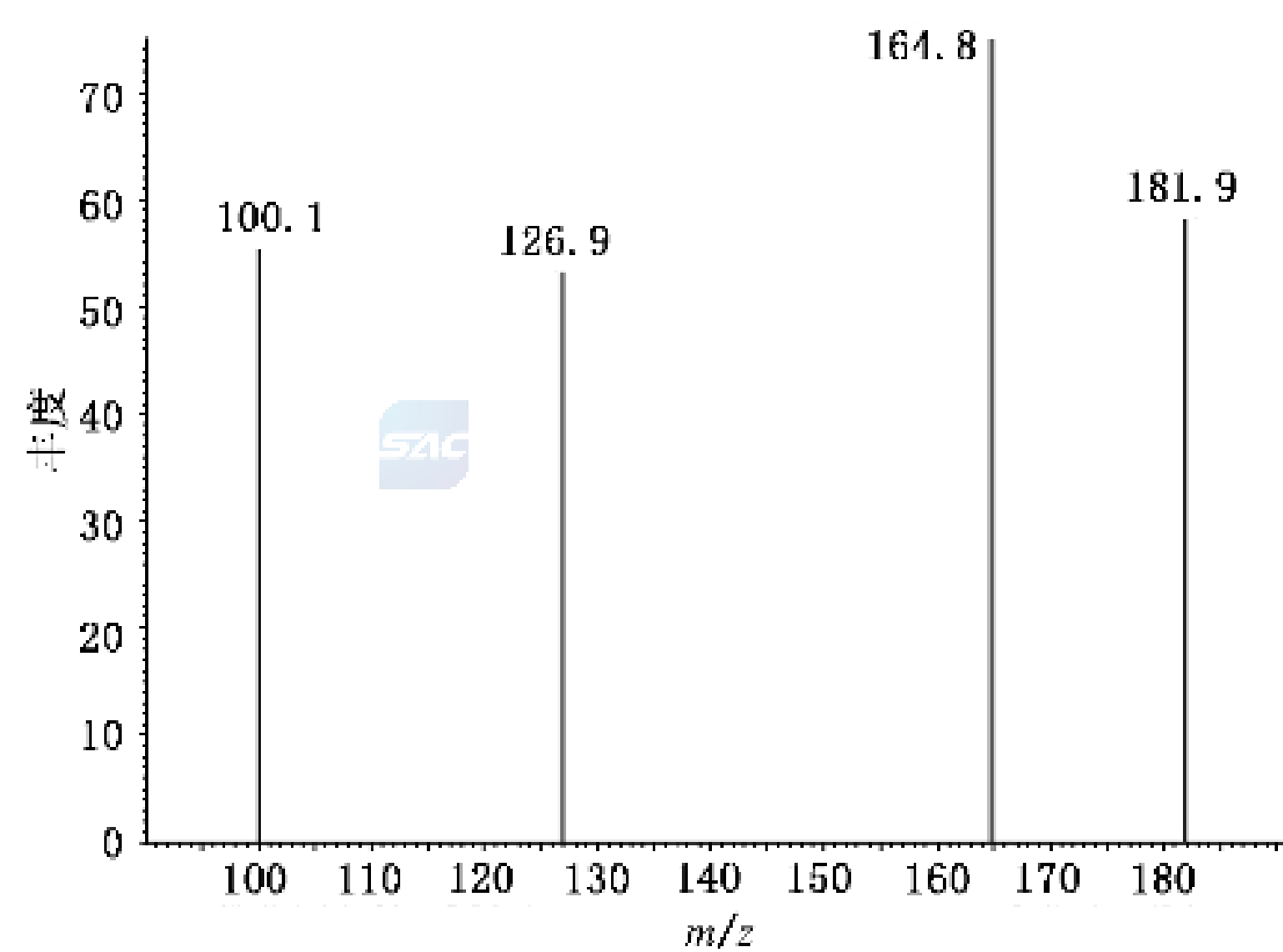


图 A.3 碘丙炔醇丁基氨甲酸酯标准溶液的质谱图

附 录 B

(规范性附录)

气相色谱-质谱联用法仪器参考条件

B.1 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:5%苯基+95%甲基聚硅氧烷 ms 柱(DB-5ms),30 m×250 μm×0.25 μm,或相当者;
- b) 进样口温度:240 ℃;
- c) 升温程序:初始温度 90 ℃保持 1 min,以 20 ℃/min 升至 190 ℃,保持 2 min,再以 30 ℃/min 升至 300 ℃,保持 5 min;
- d) 进样量:1.0 μL;
- e) 载气:氦气,纯度≥99.999%,恒流 1.0 mL/min。

B.2 质谱参考条件

气相色谱质谱参考条件如下:

- a) 色谱与质谱接口温度:280 ℃;
 - b) 电离方式:电子轰击(EI);
 - c) 电离能量:70 eV;
 - d) 离子源温度:230 ℃;
 - e) 测定方式:选择离子监测模式(SIM);定性离子 m/z 100.1,126.9,164.8,181.9,定量离子 m/z 164.8;
 - f) 溶剂延迟:5 min。
-