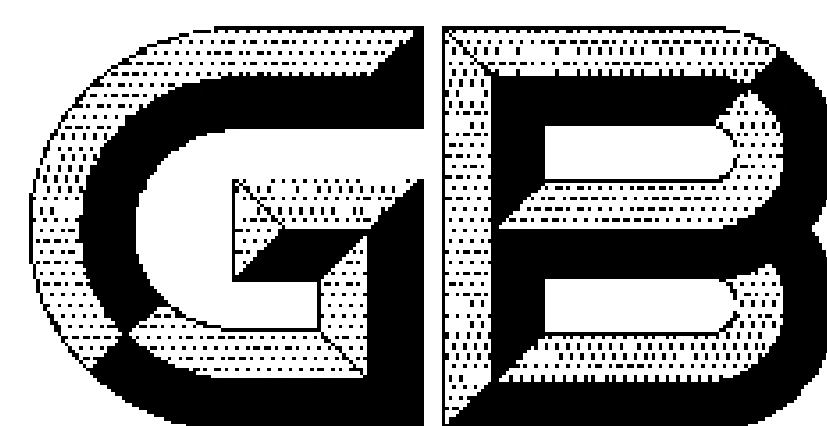




中华人民共和国国家标准

GB/T 40955—2021

化妆品中八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基 环五硅氧烷(D5)的测定 气相色谱法

Determination of octamethylcyclotetrasiloxane (D4) and
decamethylcyclopentasiloxane (D5) in cosmetics—Gas chromatography

2021-11-26 发布

2022-06-01 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：广州质量监督检测研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、花安堂生物科技集团有限公司、水羊集团股份有限公司、完美(广东)日用品有限公司、广州锦同生物科技有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司。

本文件主要起草人：吴淑焕、王继才、熊小婷、夏泽敏、谭建华、李鑫宇、李露、赵田甜、梁文耀、王亚茹、聂明霞、席绍峰、孟杰、艾勇、戴跃锋、黄瑞娟、吴凯华、孔令超、郑存哲。



化妆品中八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)的测定 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八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)的原理、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算、回收率与精密度、允许差。

本文件适用于水剂、乳液、膏霜(蜡基类除外)驻留类和淋洗类化妆品中八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经异丙醇分散、正己烷提取后,用气相色谱仪测定,以保留时间定性,外标法定量,必要时,以气相色谱-质谱法确证。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用色谱纯试剂。

5.1 异丙醇。

5.2 正己烷。

5.3 标准物质:纯度均大于或等于 95%。八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)的相关信息见附录 A。

5.4 标准储备溶液,1 000 $\mu\text{g/mL}$:分别准确称取适量(精确至 0.000 1 g)八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质(5.3)于容量瓶中,分别用正己烷(5.2)定容,混匀。

5.5 混合标准工作溶液:分别移取适量标准储备溶液(5.4)于容量瓶中,用正己烷(5.2)逐级稀释成质量浓度为 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作溶液。

5.6 有机滤膜:孔径 0.22 μm 。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器(FID)。

- 6.2 气相色谱质谱仪：配电子轰击(EI)。
- 6.3 分析天平：感量为 0.001 g、0.000 1 g。
- 6.4 涡旋振荡器。
- 6.5 超声波清洗仪：功率不低于 250 W。
- 6.6 离心机：转速不低于 5 000 r/min。

7 测定步骤

7.1 试样制备

称取试样约 0.5 g(精确至 0.001 g)于 10 mL 具塞比色管中,加入约 0.5 mL 异丙醇(5.1),涡旋分散,加入正己烷(5.2)至近刻度,涡旋 30 s,超声 15 min,冷却至室温,用正己烷(5.2)定容至刻度。涡旋混匀,以 5 000 r/min 离心 5 min,取适量上清液经有机滤膜(5.6)过滤,滤液作为待测溶液。

7.2 测定条件

由于实验室仪器设备的多样性,因此不可能给出分析条件的普遍参数,采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:(14%氰丙基-苯基)甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,30 m×0.25 mm(i.d.)×0.25 μm,或相当型号色谱柱;
- b) 升温程序:初始柱温 50 °C,保持 1 min;以 10 °C/min 升温至 140 °C;后运行 250 °C,保持 5 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 检测器温度:250 °C;
- e) 载气和尾吹气:氮气,纯度≥99.999%;
- f) 燃气:氢气,纯度≥99.999%;
- g) 载气流速:1.0 mL/min;
- h) 氢气流速:40 mL/min;
- i) 空气流速:400 mL/min;
- j) 尾吹气流速:30 mL/min;
- k) 进样方式:分流进样,分流比 5 : 1;
- l) 进样量:1.0 μL。

7.3 测定

将混合标准工作溶液(5.5)按照 7.2 的测定条件由低至高浓度进行测定,以标准溶液质量浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。

将试样溶液(7.1)按照 7.2 的测定条件进行测定,得到试样中待测组分的峰面积,从标准工作曲线上得到相应的质量浓度。试样溶液中待测组分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测定。八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质的气相色谱图见附录 B 中图 B.1。必要时,可采用气相色谱质谱法确证结果,以检查化妆品中是否有其他组分干扰八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)的测定,确证试验方法见附录 C。

7.4 空白试验

除不加入试样外,均按 7.1~7.3 进行测定。

7.5 检出限和定量限

本方法在取样量为 0.5 g 时,对于八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)的方法检出限均为 4.0 mg/kg,定量限均为 10.0 mg/kg。

8 结果计算

试样中待测组分的含量按式(1)计算获得:

$$\omega_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times f}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω_i —— 试样中待测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ_i —— 试样溶液中待测组分的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 —— 空白溶液中待测组分的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V —— 试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- f —— 稀释倍数;
- m —— 试样取样量,单位为克(g)。

计算结果保留 3 位有效数字。

9 回收率与精密度

八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)在添加浓度为 10 mg/kg~1 000 mg/kg 范围内,回收率为 94%~106%,相对标准偏差小于 5%。

10 允许差

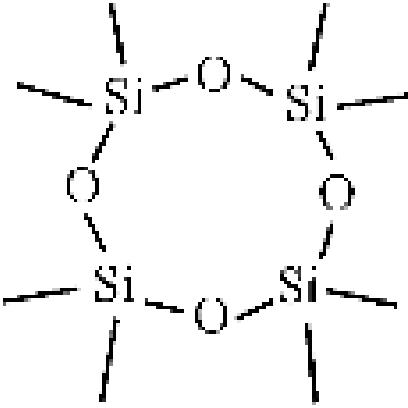
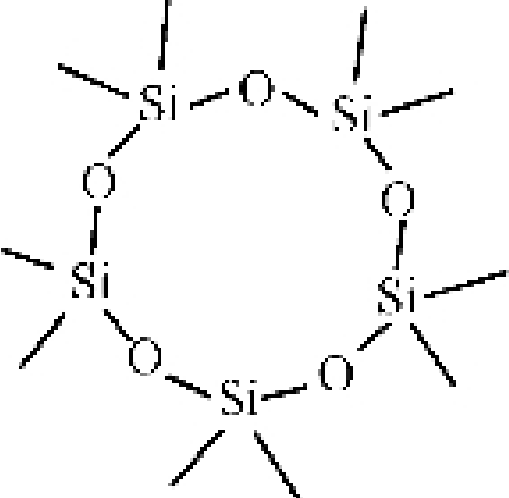


在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性)
标准物质的信息

八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、结构式及相对分子质量见表 A.1。

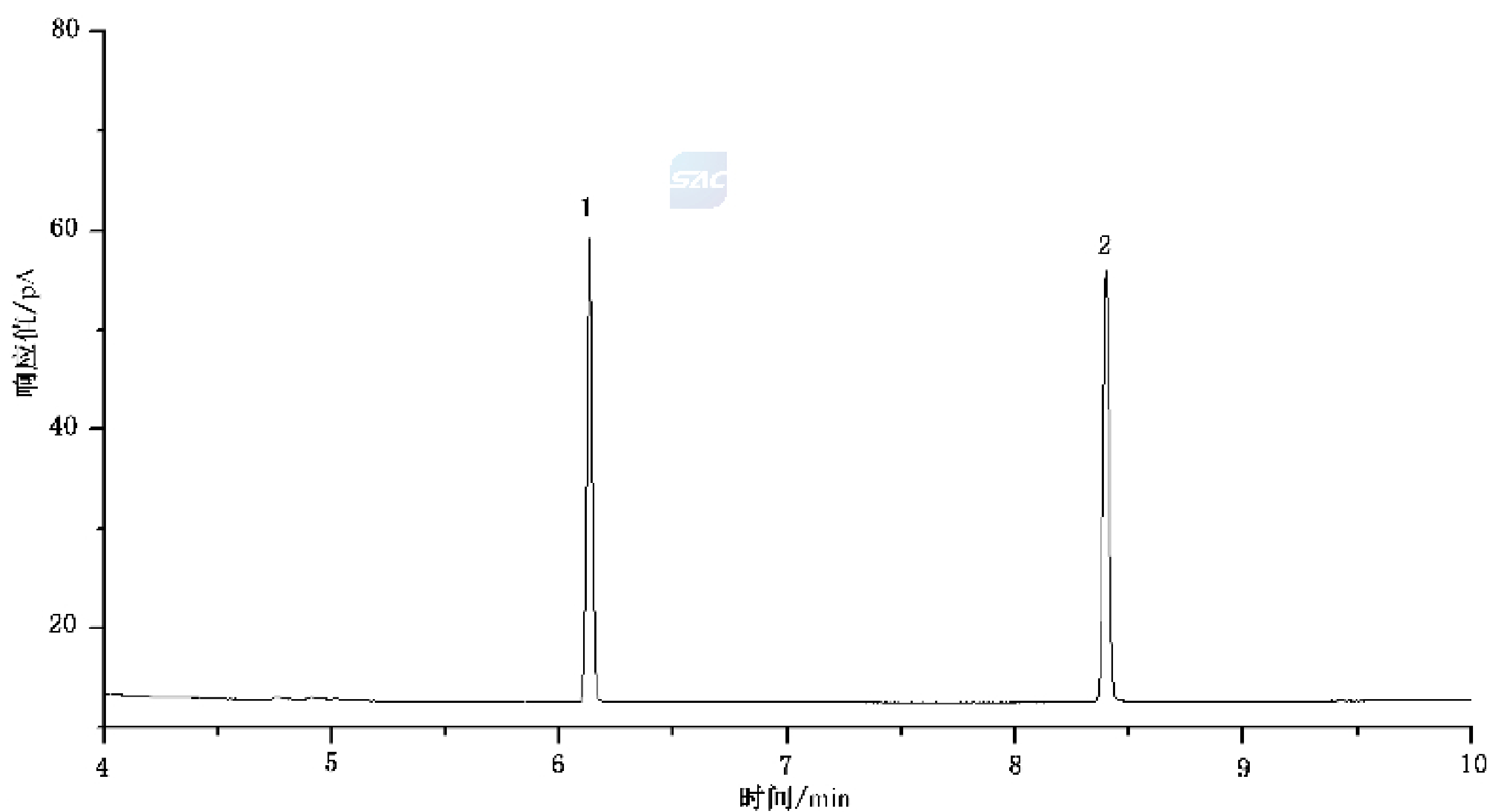
表 A.1 标准物质中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、结构式及相对分子质量

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	结构式	相对分子质量
1	八甲基环四硅氧烷 (D4)	Octamethylcyclotetrasiloxane	556-67-2	$C_8H_{24}O_4Si_4$		296.62
2	十甲基环五硅氧烷 (D5)	Decamethylcyclopentasiloxane	541-02-6	$C_{10}H_{30}O_5Si_5$		370.77

附 录 B
(资料性)

八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质的气相色谱图

八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质的气相色谱图见图 B.1。



标引序号说明：
1——八甲基环四硅氧烷(D4)；
2——十甲基环五硅氧烷(D5)。

图 B.1 八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质的气相色谱图

附录 C
(资料性)
确证试验

C.1 试样制备

按照 7.1 的方法制备试样。

C.2 确证试验条件

由于实验室仪器设备的多样性,因此不可能给出分析条件的普遍参数,采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:(14%氰丙基-苯基)甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,30 m×0.25 mm (i.d.)×0.25 μm,或相当型号色谱柱;
- b) 进样口温度:250 ℃;
- c) 升温程序:初始柱温 50 ℃,保持 1 min;以 10 ℃/min 升温至 140 ℃;后运行 250 ℃,保持 5 min;
- d) 载气:氦气,纯度≥99.999%;
- e) 流速:1.0 mL/min;
- f) 进样方式:分流进样,分流比 5 : 1;
- g) 进样量:1.0 μL;
- h) 离子源温度:230 ℃;
- i) 传输线温度:250 ℃;
- j) 电离方式:电子轰击源(EI),电离能量为 70 eV;
- k) 采集模式:全扫描(scan),质量范围 (m/z) 50~500。

C.3 定性测定

取试样溶液与标准工作溶液在相同试验条件下测定,试样溶液中待测组分的保留时间与标准溶液中对对应组分的保留时间一致(偏差在±0.5%之内),且表 C.1 中定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对对应组分的定性离子的相对丰度进行比较,偏差不超过表 C.2 规定的范围,即可判定试样中存在该组分。

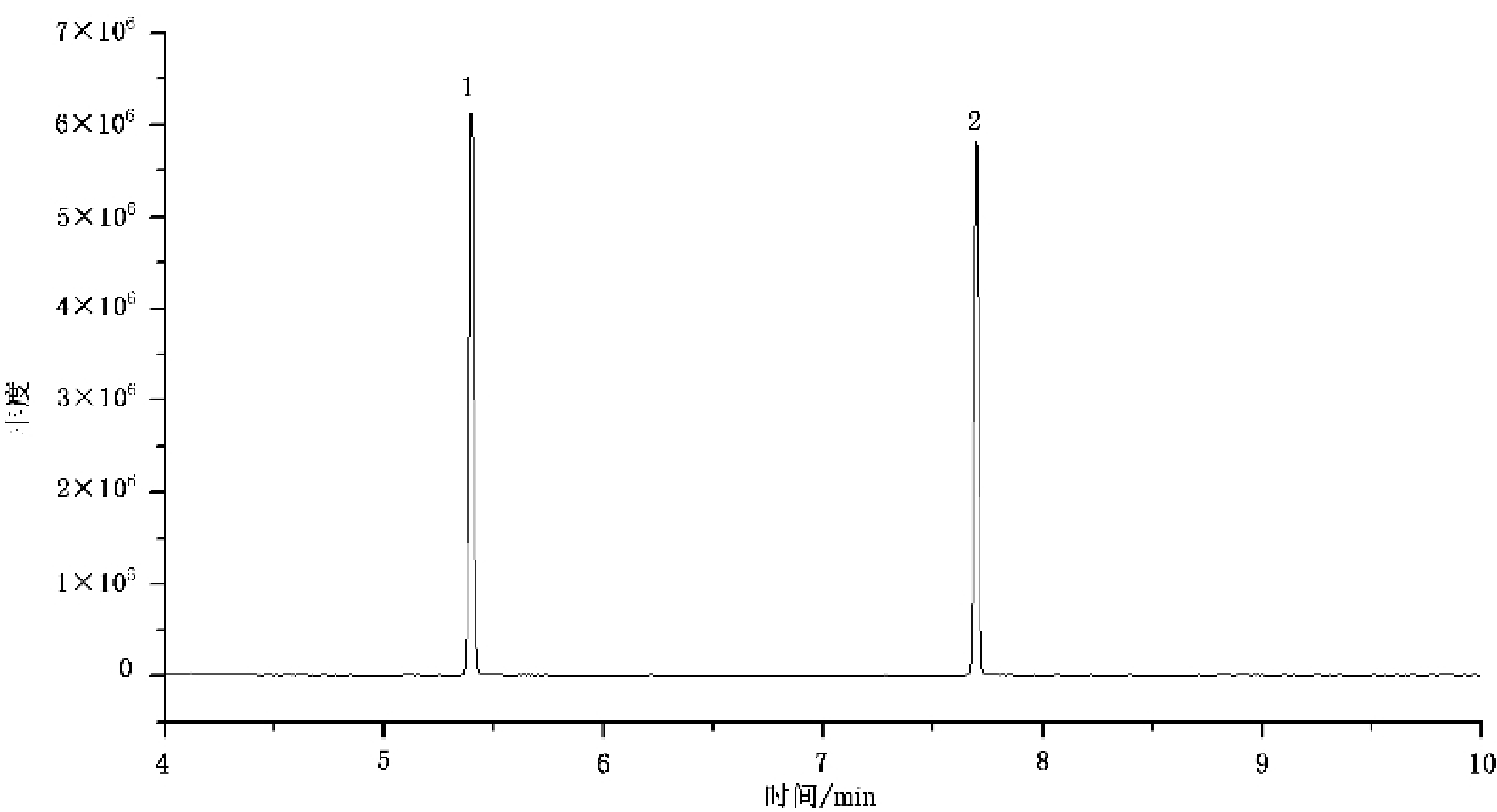
表 C.1 待测组分的定性离子

待测组分	定性离子
D4	281,207,133
D5	355,267,73

表 C.2 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

相对离子丰度 k %	允许的最大偏差 %
$k > 50$	± 10
$50 \geq k > 20$	± 15
$20 \geq k > 10$	± 20
$k \leq 10$	± 50

八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质的总离子流色谱图见图 C.1。



标引序号说明：
1——八甲基环四硅氧烷(D4)；
2——十甲基环五硅氧烷(D5)。

图 C.1 八甲基环四硅氧烷(D4)和十甲基环五硅氧烷(D5)标准物质的总离子流色谱图