



中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.9—2009

化妆品中柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、 肉桂醛和香豆素的测定 气相色谱法

Determination of citral, cinnamyl alcohol, anise alcohol,
cinammal and coumarin in cosmetics by gas chromatography method

2009-11-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准负责起草单位:中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:周新、郝楠、蔡天培、马强、任司娜、陈会明、于文莲、陈伟。

化妆品中柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、 肉桂醛和香豆素的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的气相色谱测定方法。

本标准适用于化妆品中柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的测定。

本标准的检出限为：柠檬醛 3 mg/kg，肉桂醇 2.5 mg/kg，茴香醇 2 mg/kg，肉桂醛 2 mg/kg，香豆素 3 mg/kg；定量限为：柠檬醛 10 mg/kg，肉桂醇 7.5 mg/kg，茴香醇 7 mg/kg，肉桂醛 7 mg/kg，香豆素 10 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

用无水乙醇超声提取化妆品中的柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素，经高速离心，上清液以微孔滤膜过滤，滤液用气相色谱进行分析，外标法定量，气相色谱-质谱确认。

4 试剂和材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 无水乙醇：色谱纯。

4.2 无水硫酸钠。

4.3 柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛、香豆素标准品：纯度均不小于 99%。

4.4 标准储备液：准确称取柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛、香豆素标准品各 0.100 0 g 置于 100 mL 容量瓶中，用无水乙醇溶解并定容至刻度，摇匀，配制成柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素浓度均为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液，于 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存，可使用三个月。

4.5 氮气、氢气：纯度均不小于 99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱(GC)仪：配有火焰离子化检测器(FID)。

5.2 气相色谱-质谱(GC-MS)仪：配有电子轰击电离离子源(EI)。

5.3 超声波水浴。

5.4 离心机：转速不低于 12 000 r/min。

5.5 具塞比色管：10 mL。

5.6 微孔滤膜：0.45 μm ，有机相。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 固体、膏状、乳液类样品

称取 1 g(精确至 0.001 g)试样于 10 mL 具塞比色管中,加入无水乙醇至 10 mL,超声提取 20 min。取部分溶液转移至 10 mL 具塞塑料离心管中,以不低于 12 000 r/min 离心 15 min,上清液加入 3 g 无水硫酸钠脱水,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液作为待测样液。

6.1.2 液体类样品

称取 1 g(精确至 0.001 g)试样于 10 mL 具塞比色管中,加入无水乙醇至 10 mL,充分摇匀,加入 3 g 无水硫酸钠脱水,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液作为待测样液。

6.2 测定条件

6.2.1 气相色谱参考条件

- 色谱柱:DB-1701 石英毛细管柱,30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm,或相当者。
- 载气:氮气,流速:1.2 mL/min。
- 程序升温:初始温度 100 °C,以 20 °C/min 的速率升温至 130 °C,再以 5 °C/min 的速率升温至 170 °C,再以 50 °C/min 的速率升温至 250 °C。
- 氢气流量 30 mL/min、空气流量 300 mL/min、尾吹气氮气流量 25 mL/min。
- 进样口温度:250 °C。
- 检测器温度:260 °C。
- 进样量:1 μL。
- 进样方式:分流进样,分流比 1:5。

6.2.2 质谱参考条件

- 电离方式:电子轰击电离(EI)。
- 传输线温度:280 °C。
- 电离能量:70 eV。
- 扫描方式:全扫描,质量范围 40 m/z~250 m/z。
- 溶剂延迟:3 min。

6.3 标准曲线的绘制

用无水乙醇将混合标准储备液(4.4)逐级稀释得到浓度为 0.5 mg/L、1 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L 的混合标准工作液,按 6.2.1 的测定条件浓度由低到高进样测定,以峰面积-浓度作图,得到标准曲线回归方程。

标准品色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的总离子流图参见附录 B 的图 B.1。

柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的标准物质的质谱图分别参见附录 C 的图 C.1、图 C.2、图 C.3、图 C.4、图 C.5。

柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的特征选择离子及丰度比见表 1。

表 1 柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的特征选择离子及丰度比

名称	分子式	CAS 号	特征选择离子及丰度比
柠檬醛	C ₁₀ H ₁₆ O	5392-40-5	69(100),41(75),84(27)
肉桂醇	C ₉ H ₁₀ O	104-54-1	92(100),78(63),134(60)
茴香醇	C ₈ H ₁₀ O ₂	105-13-5	138(100),109(64),121(45)
肉桂醛	C ₉ H ₈ O	104-55-2	131(100),103(56),77(42)
香豆素	C ₉ H ₆ O ₂	91-64-5	146(100),118(59),90(32)

6.4 定量测定

按 6.2.1 的测定条件对待测样液进行测定。待测样液中柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的响应值应在标准曲线的线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。

6.5 定性判定

阳性样品,需用气相色谱-质谱进行确认。以标准样品的保留时间和监测离子定性,待测样品中监测离子的丰度比与标准品的相同离子丰度比相差不大于 20%。

6.6 空白试验

除不称取样品外,均按上述测定条件和步骤进行。

7 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留到小数点后两位,计算结果需扣除空白值。

$$X_i = \frac{c_i \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i ——柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的含量(%);

c_i ——标准曲线查得的柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样品稀释后总体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

8 检出限和定量限

本标准的检出限:柠檬醛 3 mg/kg ,肉桂醇 2.5 mg/kg ,茴香醇 2 mg/kg ,肉桂醛 2 mg/kg ,香豆素 3 mg/kg ;定量限:柠檬醛 10 mg/kg ,肉桂醇 7.5 mg/kg ,茴香醇 7 mg/kg ,肉桂醛 7 mg/kg ,香豆素 10 mg/kg 。

9 回收率

在添加浓度 0.05%~0.5%浓度范围内,回收率在 80%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

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
(资料性附录)
标准物质色谱图

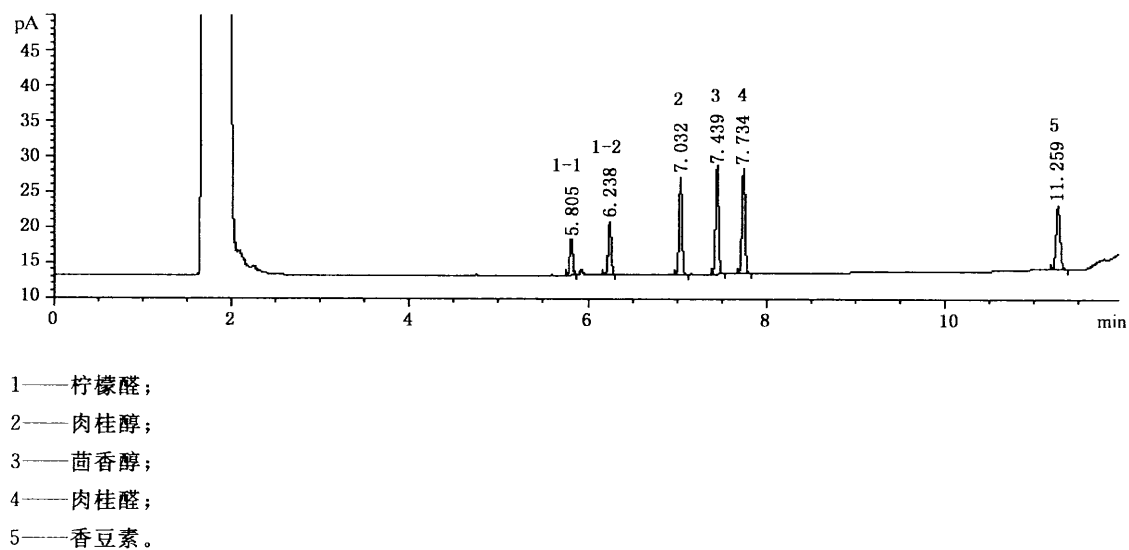


图 A.1 柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素标准物质的色谱图

附 录 B
(资料性附录)
标准物质的总离子流图

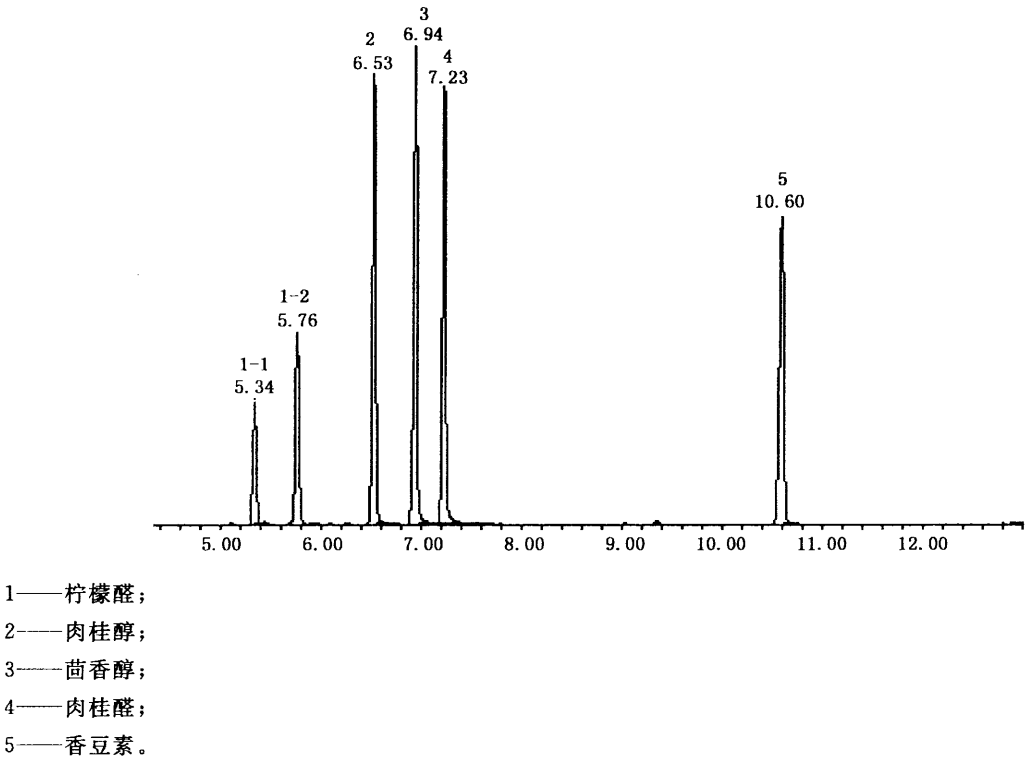


图 B.1 柠檬醛、肉桂醇、茴香醇、肉桂醛和香豆素的总离子流图

附录 C
(资料性附录)
标准物质的质谱图

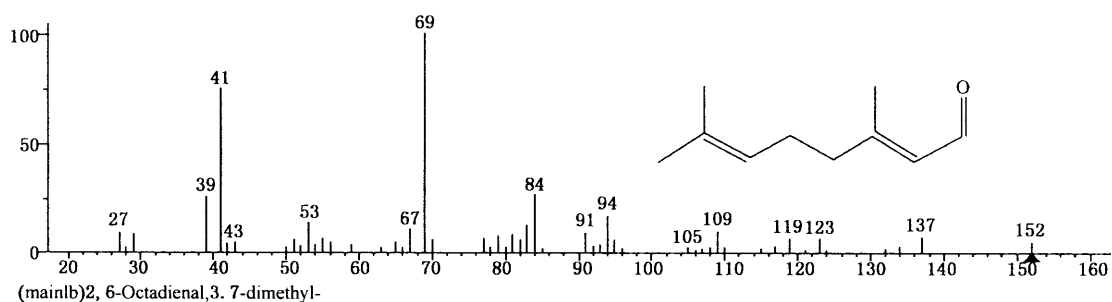


图 C.1 柠檬醛标准物质的质谱图

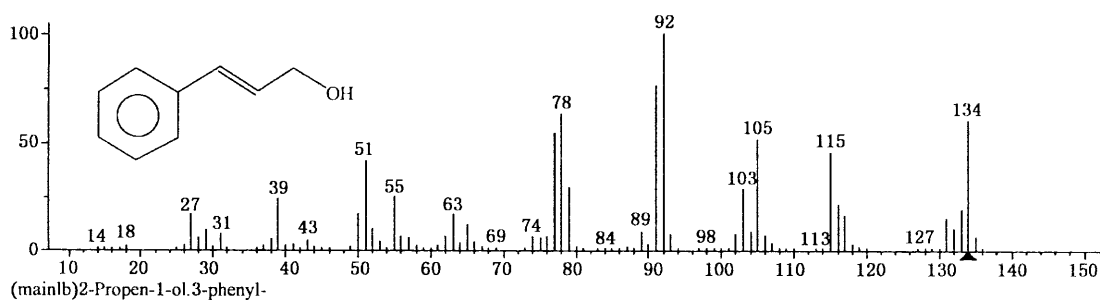


图 C.2 肉桂醇标准物质的质谱图

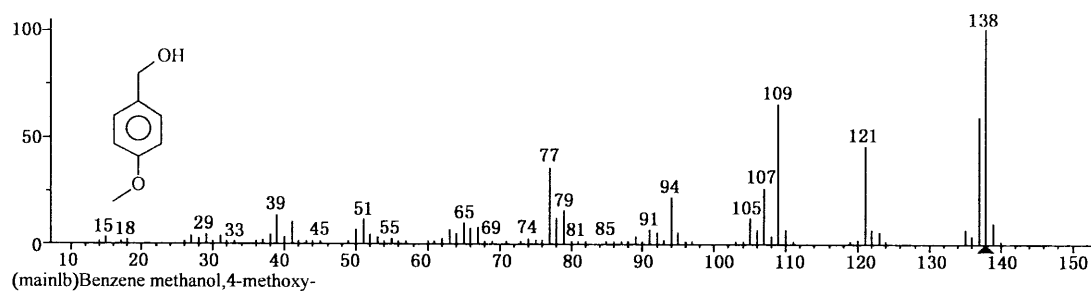


图 C.3 茴香醇标准物质的质谱图

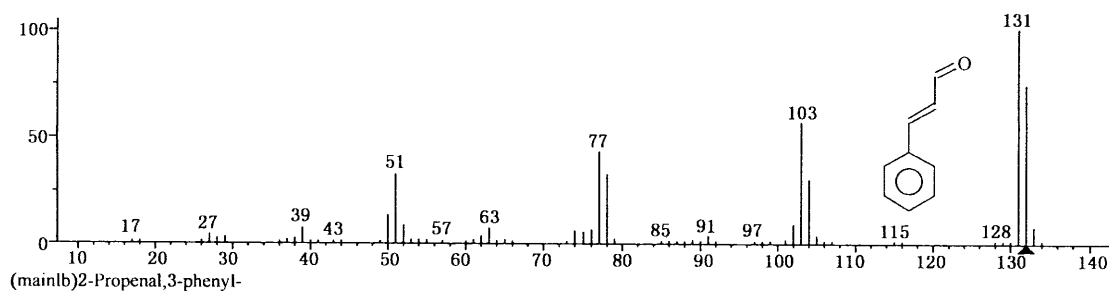


图 C.4 肉桂醛标准物质的质谱图

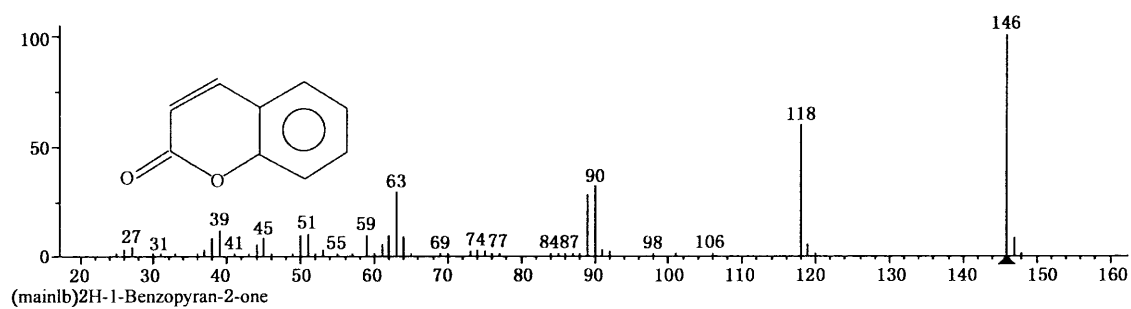


图 C.5 香豆素标准物质的质谱图