

ICS 71.100.70
Y42



中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—20××

化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定

Determination of banned trichloroacetic acid in cosmetics

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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/TC374）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、中检华纳质量技术中心……

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……

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含量的方法。
本文件适用于膏霜、乳液和水基类化妆品。

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，在分析中仅使用分析纯试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级；

5.2 乙醇，色谱纯。

5.3 正己烷，色谱纯。

5.4 甲基叔丁基醚，色谱纯。

5.5 硫酸。

5.6 氯化钠，使用前置于 450 °C 马弗炉烘烤 2 h-3 h。

5.7 无水硫酸钠，使用前置于 450 °C 马弗炉烘烤 2 h-3 h。

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

精密称取三氯乙酸标准品 0.1 g（精确到 0.0001 g）于 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶解并稀释至刻度。

三氯乙酸标准储备液在-18 ℃下保存，贮存期 6 个月。

5.10 三氯乙酸标准曲线工作溶液

将上述标准储备液(5.9)用乙醇稀释成一系列浓度为 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 微孔滤膜：0.22 μm，有机膜。

6 仪器和设备

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 0.0001 g。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 氮吹仪。

6.5 离心机，转速≥8000 r/min。

6.6 水浴锅。

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取 1 g（精确至 0.001 g）样品于离心管中，加入 2 mL 水，0.5 mL 硫酸（5.5），摇匀，再加入约 1 g 氯化钠（5.6），摇匀。加入 3.0 mL 甲基叔丁基醚（5.4），涡旋振荡，离心，吸取上层清液，重复提取一次，合并有机相。在 40 ℃下氮气吹干。

在上述试管中加入 2 mL 乙醇（5.2）、约 1 g 无水硫酸钠（5.7），0.7 mL 硫酸（5.5），摇匀，70 ℃下衍生 1 h。冷却至室温后加入 5 mL 水（5.1），5 mL 正己烷（5.3），涡旋振荡 1 min，离心，取上层清液经微孔滤膜过滤后进气相色谱-质谱联用仪分析。

7.2 工作曲线的制备

分别吸取标准系列工作溶液 2.0 mL 于离心管中，相当于含有三氯乙酸 1.0 μg、2.0 μg、4.0 μg、10.0 μg、20.0 μg。加入约 1 g 无水硫酸钠（5.7），0.7 mL 硫酸（5.5），摇匀，在 70 ℃下衍生 1 h。冷却至室温后加入 5 mL 水，5 mL 正己烷（5.3），涡旋振荡 1 min，离心，取上层清液经微孔滤膜过滤后进气相色谱-质谱联用仪分析。

7.3 仪器参考条件：

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：

7.3.1 气相色谱条件

a) 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（ Φ 0.25 mm×30 m，膜厚 0.25 μm）或性能相当者；

- b) 进样口温度：210 °C
- c) 柱温：程序升温，40 °C保持 2 min，5 °C/min 至 70 °C，20 °C/min 至 280 °C，保持 3 min。
- d) 载气：高纯氮（纯度>99.999 %），流速 1.0 mL/min；
- e) 进样方式：分流进样，分流比 5：1；
- f) 进样量：1.0 μL。

7.3.2 质谱条件

- 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 °C；
- d) 离子源温度：230 °C；
- 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

分别吸取1 μL标准工作溶液（7.2）及试样溶液（7.1）注入气相色谱质谱联用仪分析。

在相同实验条件下进行样品测定时，检出的色谱峰的保留时间与标准样品相比，变化范围应在±0.5 %之内；并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度比与浓度相当的标准溶液相比，其允许偏差不超过表1规定的范围，则可判断样品中存在对应的待测物。

以定量离子的峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线得到回归方程。将待测定组分定量离子峰面积，代入回归方程计算三氯乙酸的含量。

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 %

7.5 空白试验

除不称取试样外，均按 7.1 的规定执行。

8 结果计算

试样中三氯乙酸的含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{C}{m} \times \frac{1000}{1000} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —样品中三氯乙酸的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C —从标准曲线查得样品中三氯乙酸的含量，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

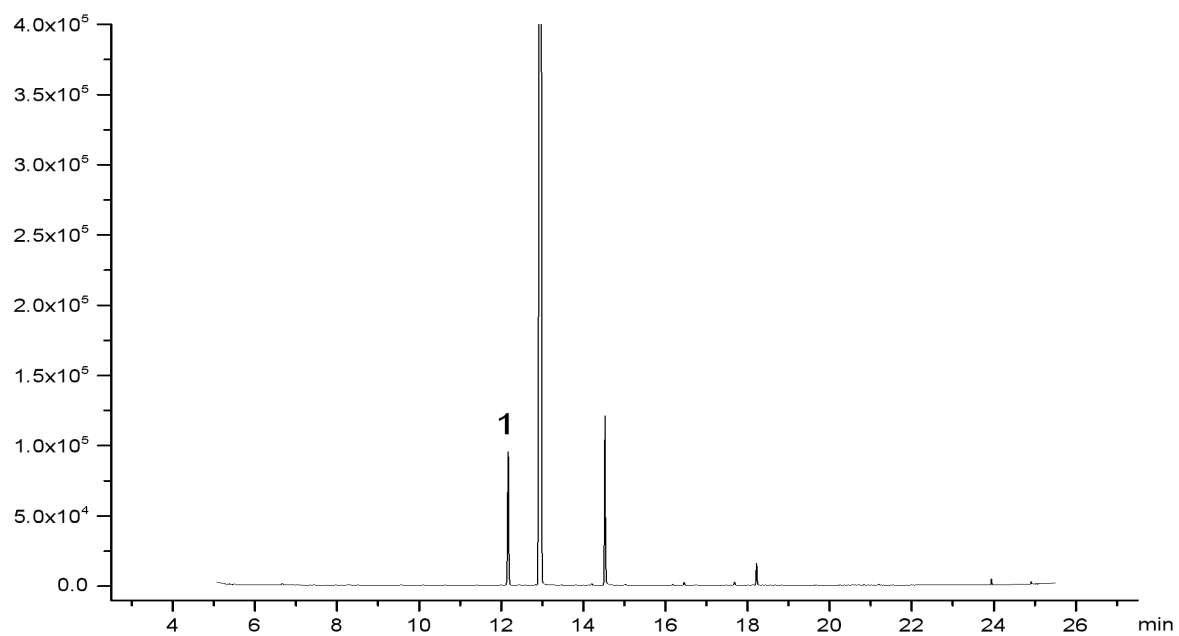
在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

10 检出限和定量限

当取样量为1 g，定容体积为5 mL时，检出限为0.3 mg/kg，定量限为1.0 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
三氯乙酸选择离子流图

三氯乙酸选择离子流图见图 A.1



说明：色谱峰 1 为三氯乙酸衍生物

图 A.1 三氯乙酸选择离子流图