



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中限用组分月桂醇聚醚-9 的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of restricted components lauryl alcohol polyether-9 in cosmetics—
HPLC-MS/MS

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 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。

本文件由轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC257）归口。

本文件起草单位：中华人民共和国上海海关、南京师范大学、上海家化联合股份有限公司、中华人民共和国鲅鱼圈海关。

本文件主要起草人：王粮子、赵波、王传现、杨振宇、林天闻、蒋珍娟、秦宇雯、石玲玲、陈婷、韩丽、孙欣、顾杨、吴静、陈志涛。

化妆品中限用组分月桂醇聚醚-9 的测定 液相色谱-串联质谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关规定的条件。

1 范围

本文件描述了化妆品中月桂醇聚醚-9的液相色谱-串联质谱测定方法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、试验数据处理、回收率、精密度等内容。

本文件适用于化妆品中月桂醇聚醚-9的检测。

本文件中月桂醇聚醚-9的方法检出限为1.0 mg/kg，定量限为10.0 mg/kg。

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 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用70%甲醇溶液超声分散提取后离心，0.22 μm的滤膜过滤，溶液注入液相色谱质谱联用仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 乙酸：色谱纯。

5.4 70%甲醇溶液：量取 700 mL 甲醇（5.1），用水定容至 1 L。

5.5 0.1%乙酸水溶液：量取 1.0 mL 乙酸（5.3），用水定容至 1 L。

- 5.6 月桂醇聚醚-9 标准品：纯度均不小于 95.0%，月桂醇聚醚-9 的英文名称、INCI 名称（国际化妆品原料名称）、CAS 号、分子式、相对分子质量和化学结构式见附录 A 表 A.1。
- 5.7 标准储备液：准确称月桂醇聚醚-9 10 mg（精确到 0.1 mg），用甲醇溶解后，定容到 10 mL，配成目标物浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液。
- 5.8 标准工作溶液：准确移取月桂醇聚醚-9 标准储备液（5.6）0.1 mL 于 100 mL 的容量瓶中，用 70%甲醇溶液（5.4）定容至刻度，配成 1000 μg/L 的混合标准溶液，使用空白基质溶液稀释配置成 50.0 μg/L，100.0 μg/L，200.0 μg/L，400.0 μg/L，600.0 μg/L，1000.0 μg/L 的系列标准工作溶液，用于标准曲线的绘制。

6 仪器设备

- 6.1 液相色谱质谱联用仪：ESI 离子源。
- 6.2 分析天平，感量为 0.001 g 和 0.0001 g。
- 6.3 超声波清洗器：功率大于等于 500 W。
- 6.4 离心机：大于等于 10000 r/min。
- 6.5 滤膜：孔径 0.22 μm。
- 6.6 具塞比色管：10 mL 或 25 mL。
- 6.7 涡旋振荡器。

7 试验步骤

7.1 样品处理

称取样品约 0.25 g（精确至 0.0001 g）25 mL 于具塞比色管中，用 70%甲醇溶液（5.4）定容至 25 mL，涡旋混合 1 min 分散溶解样品，超声提取 10 min。样品在 8000 r/min 离心 5 min，取上清液经 0.22 μm 微孔滤膜过滤后待检测。

平行做两份试验。

7.2 液相色谱条件

- a) 色谱柱规格：C18 色谱柱，50 mm×2.1 mm（粒径 1.7 μm），或相当者；
- b) 流动相：A 相为 0.1%乙酸水溶液；B 相为乙腈，梯度洗脱程序见表 1；
- c) 柱温：25 ℃；
- d) 流动相流速：0.2 mL/min；
- e) 进样量：5 μL。

表 1 梯度洗脱程序

Time (min)	A (%)	B (%)
0.00	40	60
2.00	40	60

2.50	0	100
6.00	0	100
6.10	40	60
8.00	40	60

7.3 质谱条件

- a) 电离方式：电喷雾电离，正离子模式；
- b) 毛细管电压：正离子模式3.5 kV；
- c) 离子源温度：205 °C；
- d) 脱溶剂气：氮气，流速800 L/h，温度400 °C；
- e) 扫描模式：多反应监测（MRM），定性离子对、定量离子对、锥孔电压和碰撞气能量、相对丰度和允许偏差见表2。

表2 各禁用着色剂的定量离子对、定性离子对、锥孔电压和碰撞气能量

中文名称	CAS号	定量离子对 (m/z)	定性离子对 (m/z)	锥孔电压 /V	碰撞气能量 /eV
月桂醇聚醚-9	3055-99-0	583.4>133.08	583.4>89.07	50	18, 26

7.4 标准工作曲线绘制

按7.2和7.3仪器条件检测，以标准系列溶液的浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，进行线性回归得到标准曲线方程。

7.5 定性确证

在7.2和7.3仪器条件下，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，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，其丰度比与标准品相比应符合表3的规定，则判断样品中存在相关目标化合物。

表3 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	k>50 %	20 %<k≤50 %	10 %<k≤20 %	k≤10 %
允许的相对偏差	±20 %	±25 %	±30 %	±50 %

7.6 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以各染料的标准溶液浓度为横坐标，各自的定量离子的峰面积为纵坐标，做标准曲线线性回归方程，以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

试样溶液中各染料的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应将提取液稀释后测定或增加提取溶剂的量重新检测。

7.7 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算

样品中月桂醇聚醚-9含量的计算按公式（1）计算：

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

式中：

X ——试样中月桂醇聚醚-9 的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从标准曲线中得出的月桂醇聚醚-9 的浓度（应扣除空白值），单位为微克每毫升（mg/L）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。

9 回收率

在添加浓度10.0 mg/kg~100.0mg/kg范围内，回收率在80 %~120 %之间。

10 精密度

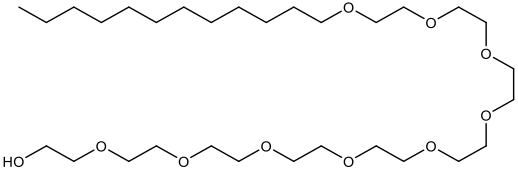
在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10 %

附 录 A
(资料性)

月桂醇聚醚-9 标准物质的信息

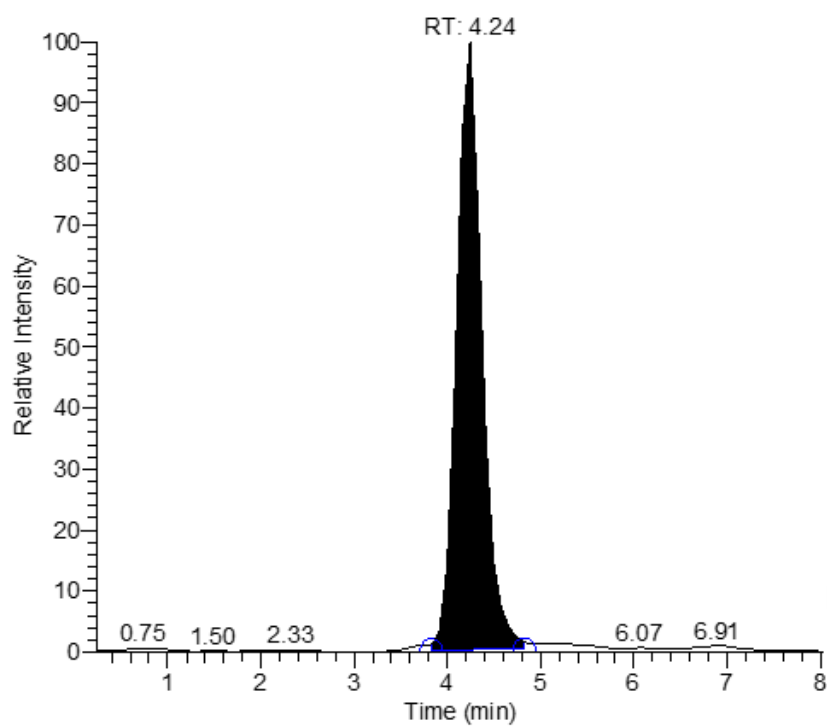
月桂醇聚醚-9 的英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和化学结构式见表 A. 1。

表A. 1 月桂醇聚醚-9 标准物质的信息

中文名称	月桂醇聚醚-9
英文名称	Polidocanol
INCI 名称	Laureth-9
CAS 号	3055-99-0
分子式	C ₃₀ H ₆₂ O ₁₀
相对分子质量	582.82
化学结构式	

附 录 B
(资料性)
月桂醇聚醚-9 选择离子 MRM 色谱图

F: + c ESI SRM ms2 583.400 [89.069-89.071, 133.079-133.081]



图B.1 月桂醇聚醚-9 选择离子 MRM 色谱图