



中华人民共和国国家标准

GB/T 40900—2021

化妆品中荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of fluorescent brightener 367 and fluorescent brightener 393 in
cosmetics—Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本文件起草单位：上海香料研究所、苏州世谱检测技术有限公司、苏州绿叶日用品有限公司、珀莱雅化妆品股份有限公司、欧诗漫生物股份有限公司、上海相宜本草化妆品股份有限公司、扬州完美日用品有限公司、广州逸仙电子商务有限公司、无限极(中国)有限公司、江苏省食品药品监督检验研究院、苏州质量检测科学研究院、广州质量监督检测研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、河北省食品检验研究院、浙江颜雪化妆品有限公司、广州市科能化妆品科研有限公司。

本文件主要起草人：卢剑、何霜、朱丹丹、孙淑蓉、沈敏、方方、寻知庆、曹玲、刘冬、吕智、方兆华、顾洁、杨琼利、孙红梅、黄宏霞、张秋艳、张岩、代丹、叶竹洪、章芳、濮鑫、李颖怡、何吉子、郭燕华、李淑琴、陈杰锋、钟俊威、吴玉銮、傅振华、林盛杰。

化妆品中荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件描述了化妆品中荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 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。

本文件适用于水剂类、非蜡基膏霜类和乳液类化妆品中荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的测定。

本文件荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的方法检出限均为 0.10 mg/kg，定量限均为 0.30 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经乙腈提取、离心、稀释、过滤后，用液相色谱串联质谱法测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，所用试剂均为分析纯。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 乙酸铵：色谱纯。

5.4 三氯甲烷：色谱纯。

5.5 5 mmol/L 乙酸铵溶液：准确称取 0.385 4 g 乙酸铵(5.3)，用水溶解并定容至 1 L。

5.6 标准物质：荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质的英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式见附录 A 中表 A.1，各标准物质纯度均不小于 98%。

5.7 混合标准中间工作溶液：分别准确称取适量标准物质(5.6)（精确至 0.1 mg），用三氯甲烷(5.4)配制成质量浓度为 100 μg/mL 的单标标准储备液（于 4℃ 避光保存，可保存 3 个月）。准确移取各单标标准储备液 0.25 mL，置于 25 mL 棕色容量瓶中，用乙腈(5.2)定容，制得混合标准中间工作溶液（各为 1.0 μg/mL，现配现用）。

5.8 滤膜:孔径为 0.22 μm 的有机系滤膜。

6 仪器设备

- 6.1 液相色谱-三重四极杆质谱联用仪:配有电喷雾离子源。
- 6.2 分析天平:感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
- 6.3 涡旋振荡器。
- 6.4 超声波清洗仪:工作频率不低于 40 kHz。
- 6.5 高速离心机:最高转速不低于 10 000 r/min。

7 试验步骤

7.1 试样处理

取样前应将样品充分混匀。水剂类样品将样品摇匀后取样;非蜡基膏霜类和乳液类样品将样品挤出、混匀后取样;无纺布面膜挤出吸附在无纺布上的液体,混匀后取样。

称取 0.5 g(精确至 0.00 1 g)试样,置于 25 mL 具塞比色管中,加入 8 mL 乙腈(5.2),涡旋混匀,超声提取 15 min,冷却至室温,用乙腈(5.2)定容至 10 mL,取 2.0 mL 溶液至离心管中,10 000 r/min 离心 3 min,取 1.0 mL 上清液,用乙腈(5.2)稀释 10 倍,稀释液经滤膜过滤后供液相色谱-三重四极杆质谱联用仪测定。

平行做两份试验。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱参考工作条件

- 液相色谱参考工作条件如下:
- a) 色谱柱: C_{18} 柱,1.7 μm ,50 mm $\times$ 2.1 mm(内径),或相当者;
 - b) 流动相:乙腈(5.2)和 5 mmol/L 乙酸铵溶液(5.5),梯度洗脱条件见表 1;
 - c) 流速:0.3 mL/min;
 - d) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
 - e) 进样量:5 μL 。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	乙腈/%	5 mmol/L 乙酸铵溶液/%
0.0	50	50
1.0	50	50
3.5	95	5
6.0	95	5
6.1	50	50
8.0	50	50

7.2.2 质谱参考工作条件

质谱参考工作条件如下:

- a) 离子源：电喷雾离子源(ESI)；
- b) 扫描方式：正离子扫描；
- c) 喷雾电压：5 500 V；
- d) 离子源温度：400 ℃；
- e) 雾化气压力：0.276 MPa；
- f) 辅助气压力：0.414 MPa；
- g) 气帘气压力：0.276 MPa；
- h) 检测方式：多反应监测(MRM)；
- i) 母离子、子离子、去簇电压及碰撞电压见表 2。

表 2 荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的质谱参数

化合物	保留时间/min	母离子 m/z	子离子 m/z	去簇电压/V	碰撞室出口电压/V	碰撞电压/V
荧光增白剂 367	5.81	363.1	270.1 ^a , 244.1	130	15.0	55.0, 60.0
荧光增白剂 393	5.77	415.3	321.1 ^a , 207.2	120	15.0	55.0, 55.0
^a 定量离子。						

7.2.3 标准工作曲线绘制

取相应的空白样品,按照 7.1 步骤进行处理,得到空白样品基质提取液。用空白样品基质提取液逐级稀释混合标准中间工作溶液(5.7),得到质量浓度为 1.00 μg/L、2.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L和 50.0 μg/L 的系列混合标准工作溶液(现配现用)。将混合标准工作溶液按液相色谱和质谱参考工作条件(7.2.1 和 7.2.2)进行测定,以定量离子色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的溶液浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。

荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质溶液的多反应监测色谱图见附录 B 中图 B.1。

7.2.4 试样测定

按液相色谱和质谱参考工作条件(7.2.1 和 7.2.2)测定 7.1 得到的试样溶液,如果检出色谱峰的保留时间与标准物质的一致,并且在扣除背景后的试样质谱图中,所选择的离子均出现,而且选择离子的相对离子丰度与标准物质的进行比较,相对偏差不超过表 3 规定的范围,可判定为试样中含有对应的待测物。记录定量离子色谱峰的峰面积,以外标法定量。试样溶液中被测物的响应值均应在标准曲线的线性范围之内,超出线性范围的试样溶液可用乙腈(5.2)稀释后进行测定。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 $K/\%$	$K > 50$	$50 \geq K > 20$	$20 \geq K > 10$	$K \leq 10$
允许的最大偏差/ $\%$	± 20	± 25	± 30	± 50

7.3 空白试验

除不称取试样外,按 7.1~7.2 步骤与测试平行进行测定。

8 试验数据处理

试样中被测组分的含量按式(1)计算：

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times n}{m \times 1\,000} \times k \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_i ——试样中被测组分的含量,单位为毫克每千克 (mg/kg)；

ρ_i ——从标准曲线得到的试样溶液中被测组分的质量浓度,单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

ρ_0 ——从标准曲线得到的空白溶液中被测组分的质量浓度,单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

V ——乙腈定容的体积,单位为毫升 (mL)；

n ——乙腈稀释的倍数,此处为 10；

m ——试样质量,单位为克 (g)；

k ——超线性范围的稀释倍数。

结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,保留三位有效数字。

9 回收率

在添加浓度为 0.30 mg/kg ~ 3.00 mg/kg 范围内,回收率为 80% ~ 115%。

10 精密度

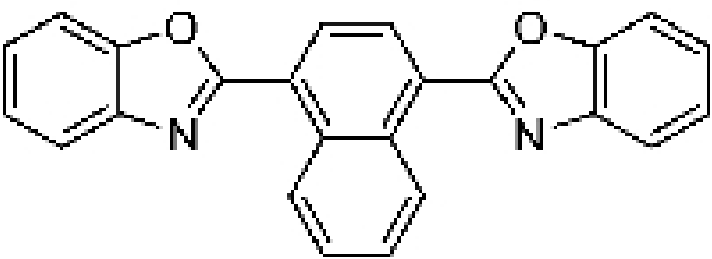
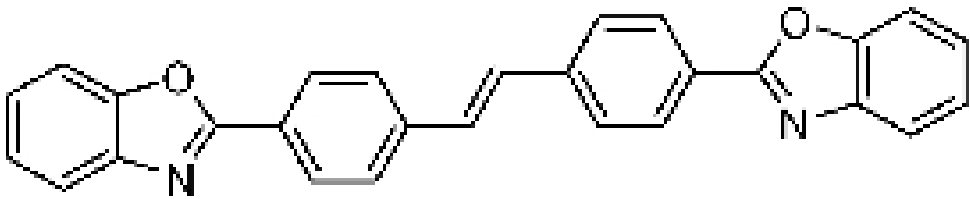
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性)

荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质的信息

荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式见表 A.1。

表 A.1 荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质的信息

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量	化学结构式
1	荧光增白剂 367	Fluorescent brightener 367	5089-22-5	$C_{24}H_{14}N_2O_2$	362.38	
2	荧光增白剂 393	Fluorescent brightener 393	1533-45-5	$C_{28}H_{18}N_2O_2$	414.45	



附 录 B
(资料性)

荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质溶液的多反应监测色谱图

荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质溶液的多反应监测色谱图见图 B.1。

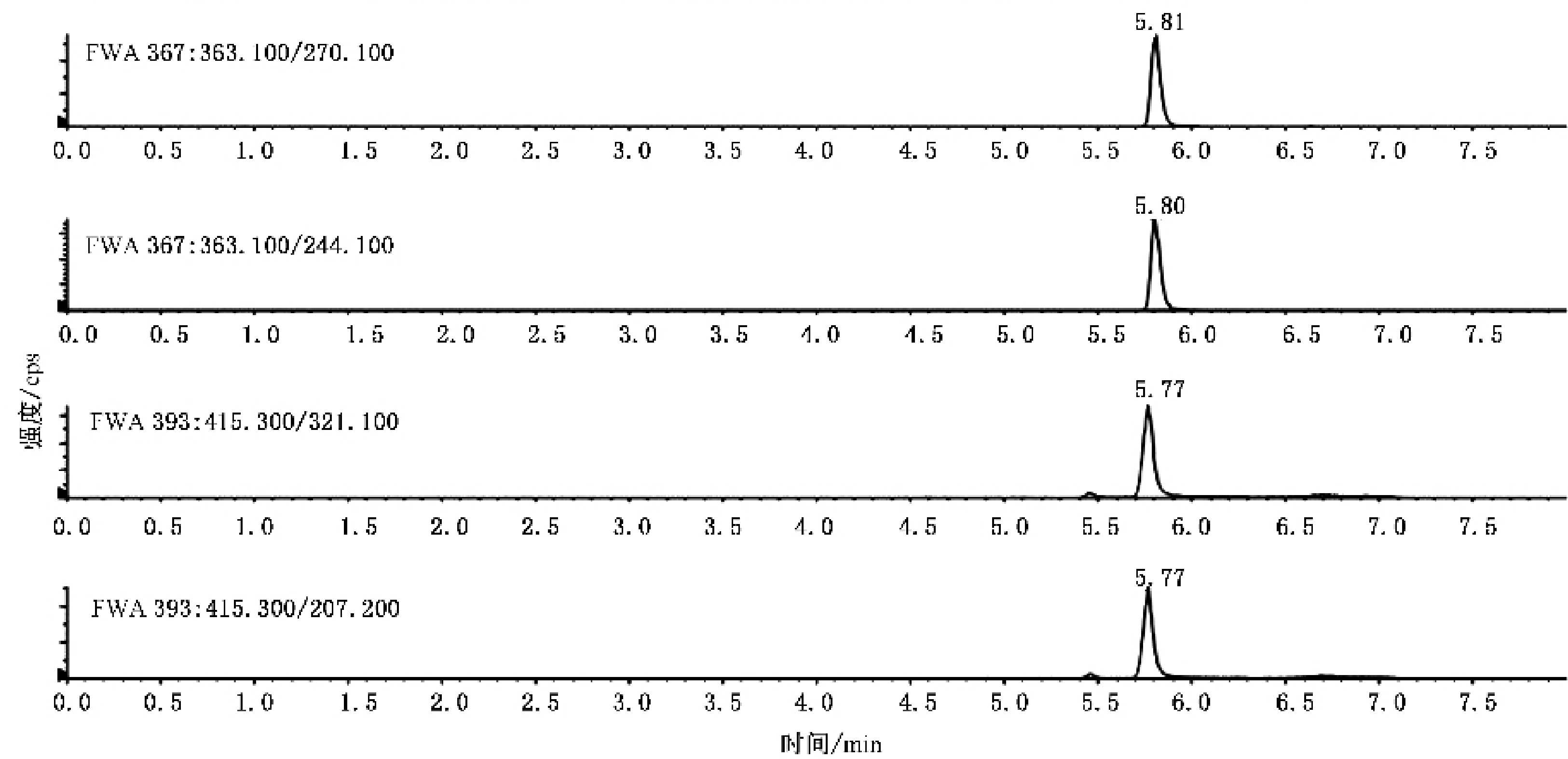


图 B.1 荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 标准物质溶液的多反应监测色谱图