



中华人民共和国国家标准

GB/T 40894—2021

化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法

Determination of prohibited substances thiamazole in cosmetics—
High performance liquid 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、上海市质量监督检验技术研究院、无限极(中国)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：聂磊、杨斌、孙红梅、李传茂、闫晴、俞所银、顾宇翔、李美珍。

引 言

本文件的被测物质是我国《化妆品安全技术规范(2015 年版)》规定的禁用原料。

禁用原料是指不得作为化妆品原料使用的物质。《化妆品安全技术规范(2015 年版)》规定：若技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时，国家有限量规定的应符合其规定；未规定限量的，应进行安全性风险评估，确保在正常、合理及可预见的使用条件下不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定该物质的限量值，本文件的制定，仅对化妆品中测定该物质提供检测方法。



化妆品中禁用物质甲硫咪唑的测定

高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了化妆品中甲硫咪唑的高效液相色谱测定方法的原理、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、膏霜、乳液类化妆品中甲硫咪唑的测定。

本文件的方法检出限为 0.33 mg/kg,定量限为 1.0 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经甲醇涡旋振荡,超声提取,离心沉淀,分离过滤,采用反相高效液相色谱分离,二极管阵列检测器检测,根据保留时间及二极管阵列(DAD)光谱图定性,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用色谱纯试剂。

5.1 水,GB/T 6682,一级。

5.2 甲醇。

5.3 50%(体积分数)甲醇水溶液:取 50 mL 甲醇加 50 mL 水,混合均匀。

5.4 甲硫咪唑标准品:纯度大于 99%,甲硫咪唑的英文名称、国际化妆品原料名称(INCI)、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式见附录 A 中表 A.1。

5.5 甲硫咪唑标准储备液:准确称取标准品 10 mg,精确到 0.1 mg,于 10 mL 的容量瓶中,用甲醇(5.2)溶解并定容至刻度,即得甲硫咪唑质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。—18 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱冷冻保存,有效期为 6 个月。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器。

- 6.2 分析天平:精度为 0.000 1 g 和 0.001 g。
- 6.3 容量瓶:10 mL 和 1 mL。
- 6.4 具塞刻度离心管:10 mL。
- 6.5 超声振荡器:频率不低于 40 kHz。
- 6.6 离心机:转速不小于 10 000 r/min。
- 6.7 聚四氟乙烯(PTFE)滤膜:孔径 0.22 μm 。
- 6.8 涡旋振荡器。
- 6.9 移液管或移液器:1 mL。

7 试验步骤



7.1 提取

称取样品 1.0 g(精确至 0.001 g)于 10 mL 具塞刻度离心管中,加入甲醇(5.2)至近 10 mL,涡旋振荡 1 min 混匀,定容至 10 mL。超声提取 10 min,10 000 r/min 离心分离 5 min,取上清液 1.0 mL 加 1.0 mL 水混匀后,经 0.22 μm 滤膜过滤待测。

平行做两份试验。

7.2 测定条件

高效液相色谱测定参考条件如下:

- a) 色谱柱规格: C_{18} 色谱柱,250 mm $\times$ 4.6 mm(粒径 5 μm),或相当者;
- b) 流动相:水+甲醇=9+1(体积比);
- c) 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 进样量:20 μL ;
- f) 检测波长:253 nm。

7.3 标准工作曲线绘制

用 50%甲醇水溶液(5.3)将甲硫咪唑标准储备液(5.5)逐级稀释配成系列浓度为 0.05 g/mL、0.10 g/mL、0.20 g/mL、0.50 g/mL、1.0 g/mL 的甲硫咪唑标准工作溶液,现用现配。

按 7.2 色谱条件检测,以甲硫咪唑标准工作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。

甲硫咪唑标准品高效液相色谱图见附录 B 中图 B.1。甲硫咪唑标准品 DAD 光谱图见图 B.2。

7.4 测定

按 7.2 的色谱条件,取 7.1 步骤中滤液进行液相色谱分析,根据保留时间及二极管阵列光谱图定性,外标法定量。甲硫咪唑的含量应在标准曲线的线性范围之内,超出线性范围则应稀释后再进行分析。

注:若检出阳性样品,用液相色谱-质谱进行确证试验(见附录 C)。

7.5 空白试验

除不称取试样外,按 7.1~7.4 步骤与测试平行进行。

8 试验数据处理

试样中甲硫咪唑含量的计算按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times k \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中甲硫咪唑的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ ——从标准曲线中计算出的样品溶液中甲硫咪唑的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*₀ ——空白试验得到的空白值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

k ——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

9 回收率

在添加浓度为 1.0 mg/kg~10.0 mg/kg 范围内，回收率为 91.5%~117%。

10 精密度

在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。



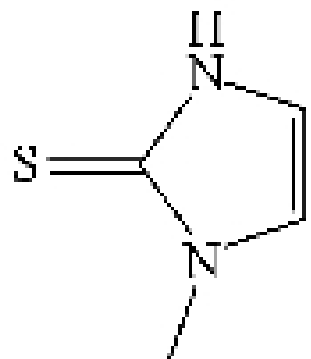
附 录 A

(资料性)

甲硫咪唑标准物质的信息

甲硫咪唑的英文名称、INCI 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式见表 A.1。

表 A.1 甲硫咪唑标准物质的信息

中文名称	甲硫咪唑
英文名称	2-Mercapto-1-methylimidazole
INCI 名称	Thiamazole
CAS 号	60-56-0
分子式	C ₄ H ₆ N ₂ S
相对分子质量	114.16
结构式	

附 录 B
(资料性)

甲巯咪唑标准品高效液相色谱图和 DAD 光谱图

甲巯咪唑标准品高效液相色谱图见图 B.1。甲巯咪唑标准品 DAD 光谱图见图 B.2。

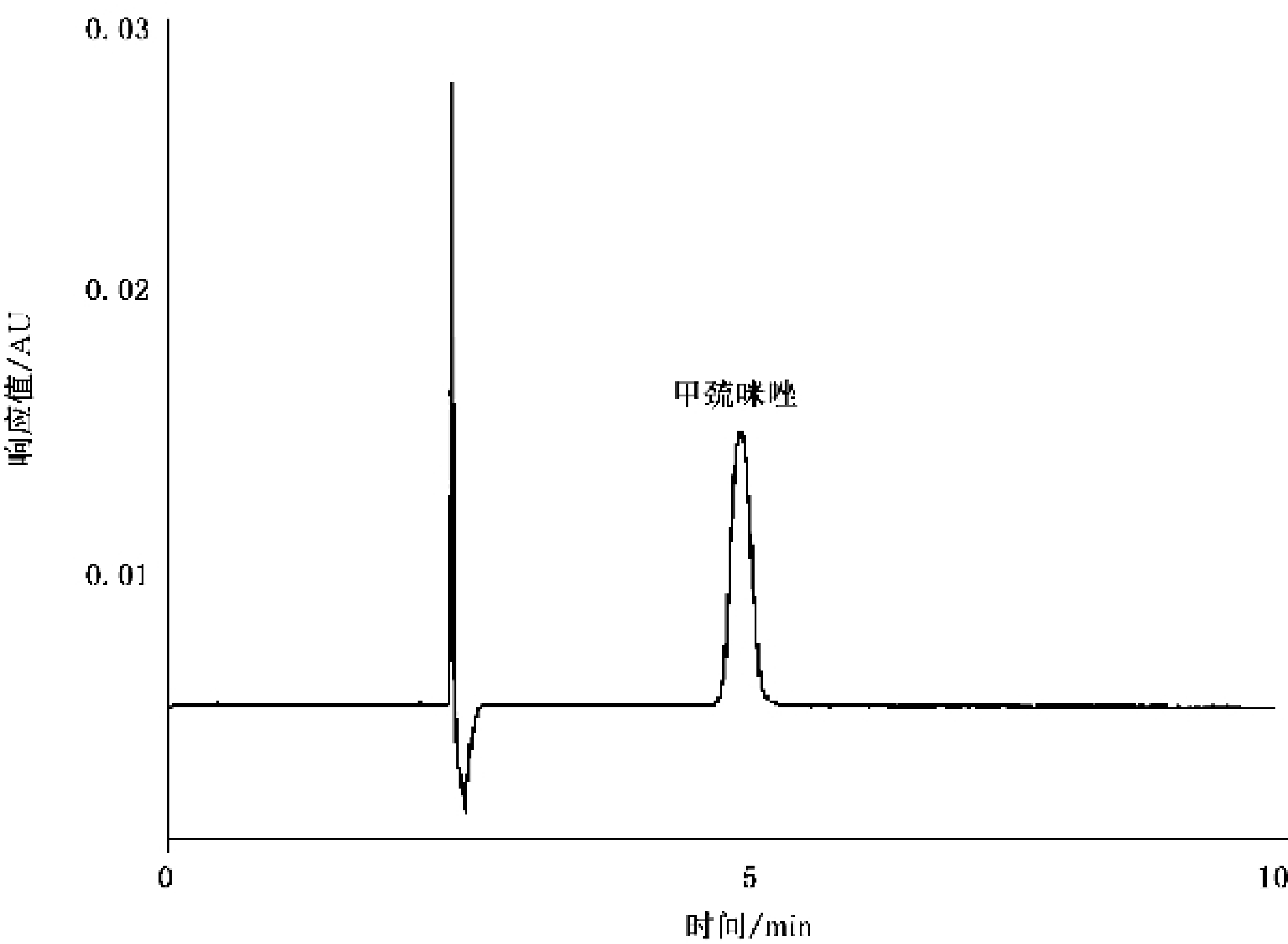


图 B.1 甲巯咪唑标准品高效液相色谱图

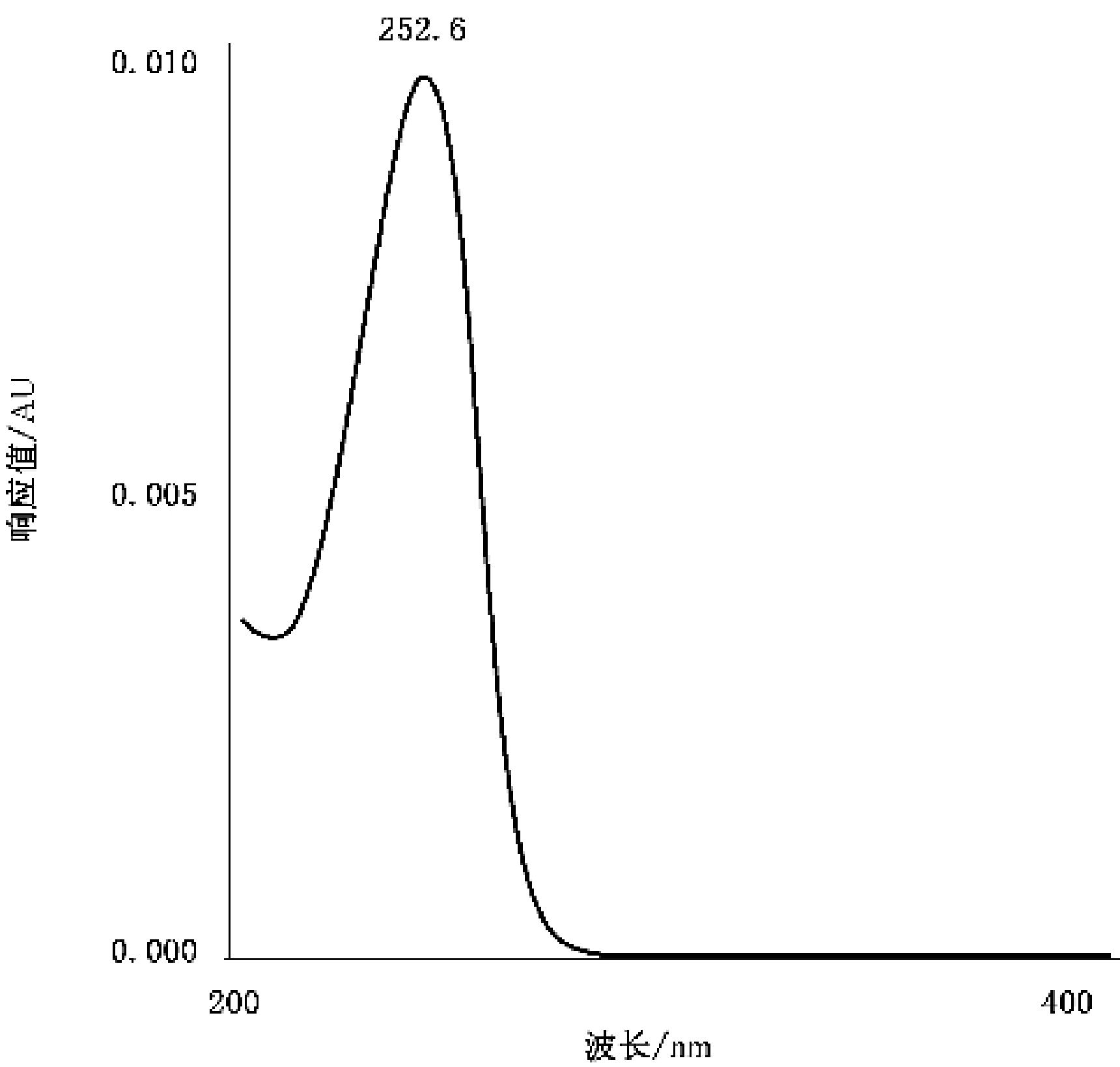


图 B.2 甲巯咪唑标准品 DAD 光谱图

附 录 C
(资料性)
液相色谱-质谱确证试验

C.1 液相色谱条件

高效液相色谱测定参考条件如下：

- a) 色谱柱规格： C_{18} 色谱柱，150 mm×2.1 mm(粒径 3.0 μm)，或相当者；
- b) 流动相：甲醇：0.1%甲酸溶液=5：95(体积比)；
- c) 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 流动相流速：0.25 mL/min；
- e) 进样量：10 μL 。

C.2 质谱条件

质谱参考条件如下：

- a) 电离方式：电喷雾电离，正离子；
- b) 毛细管电压：3.5 kV；
- c) 脱溶剂温度：350 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 翹气：氮气，7.35 L/min；
- e) 辅助气：氮气，流速 6.05 L/min；
- f) 碰撞气：氩气；
- g) 扫描模式：多反应监测(MRM)，定性离子对、锥孔电压和碰撞气能量见表 C.1。

表 C.1 甲硫咪唑的定性离子对、锥孔电压和碰撞气能量

定性离子对 1 m/z	定性离子对 2 m/z	锥孔电压/V	碰撞气能量/eV
115.1>88.1	115.1>56.1	77	14,20

C.3 定性判定

在相同试验条件下，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 C.2 的规定，则判断样品中存在相关目标化合物。甲硫咪唑的选择离子色谱图见图 C.1。

表 C.2 定性离子相对丰度的最大允许偏差

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

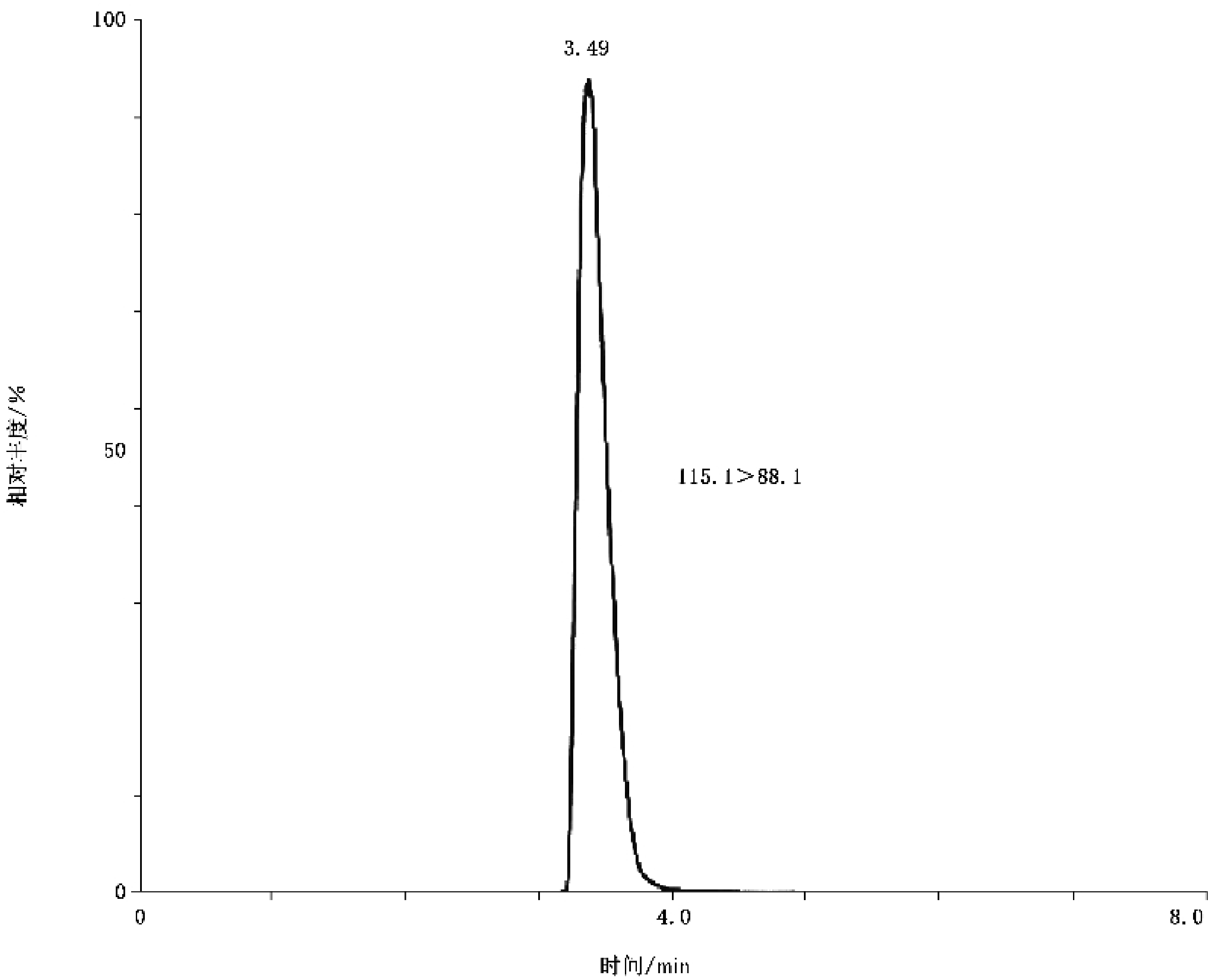


图 C.1 甲巯咪唑的选择离子色谱图