



中华人民共和国国家标准

GB/T 40895—2021

化妆品中禁用物质丁卡因及其盐类的测定 离子色谱法

Determination of prohibited tetracaine and its salts in cosmetics—
Ion 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：中国检验检疫科学研究院、上海香料研究所。

本文件主要起草人：郭项雨、马强、杨海峰、李文涛、陈萌、孟宪双。



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。

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



化妆品中禁用物质丁卡因及其盐类的测定

离子色谱法

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禁用物质丁卡因及其盐类的离子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。

本文件适用于乳液类、水剂类、洗面奶类和面膜类化妆品中丁卡因及其盐类的测定。

本文件中丁卡因及其盐类(以丁卡因计)的方法检出限为 10 mg/kg,定量限为 25 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

试样经溶剂超声提取、微孔滤膜过滤和固相萃取柱净化后,样液经离子色谱分离,采用电导检测器进行测定,根据保留时间初步定性,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水,GB/T 6682,一级。

5.2 甲醇:色谱纯。

5.3 浓硝酸:浓度 16 mol/L。

5.4 盐酸:质量分数 36%。

5.5 氯化钠:固体。

5.6 丁卡因标准物质:分子式 $C_{15}H_{24}N_2O_2$,CAS 号 94-24-6,纯度不小于 99%,结构式见附录 A 中图 A.1。

5.7 4 mmol/L 硝酸溶液:取 0.25 mL 浓硝酸(5.3)加入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释并定容至刻度。

5.8 0.36%盐酸溶液:取1 mL盐酸(5.4)加入100 mL容量瓶中,加水稀释并定容至刻度。

5.9 丁卡因标准储备溶液:称取丁卡因标准物质(5.6)10 mg,精确至0.1 mg,置于100 mL容量瓶,用水溶解并定容至刻度,混匀,配制成质量浓度为100 mg/L的标准储备液,于4℃保存,有效期3个月。

5.10 具塞塑料离心管:50 mL。

5.11 微孔滤膜:孔径0.45 μm,有机相。

5.12 RP固相萃取柱:基质为聚二乙烯基苯聚合物(1 mL,300 mg),或相当者。使用前依次用10 mL甲醇(5.2)和15 mL水活化。

6 仪器设备

6.1 离子色谱仪:配有阳离子型电导检测器。

6.2 液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

6.3 分析天平:精度为0.000 1 g和0.001 g。

6.4 离心机:转速不低于5 000 r/min。

6.5 超声波清洗器:频率不低于40 kHz。

6.6 具塞比色管:50 mL。

7 试验步骤

7.1 样品处理

7.1.1 乳液类(含乳化型洗面奶和乳化型面膜)样品

称取约1 g样品,精确至0.001 g,置于50 mL具塞比色管(6.6)中,加入0.5 mL质量分数为0.36%盐酸溶液(5.8),加水溶解并定容至刻度,再加入1 g氯化钠(5.5)破乳,摇匀,超声提取20 min,将样液转移至具塞塑料离心管(5.10)中,5 000 r/min离心15 min后,上清液依次经0.45 μm微孔滤膜(5.11)过滤和RP固相萃取柱(5.12)净化,样液待测。

7.1.2 水剂类、洗面奶(非乳化型)类和面膜(非乳化型)类样品

称取约1 g样品,精确至0.001 g,置于50 mL具塞比色管(6.6)中,加入0.5 mL质量分数为0.36%盐酸溶液(5.8),加水溶解并定容至刻度,摇匀,超声提取20 min,将样液转移至具塞塑料离心管(5.10)中,5 000 r/min离心15 min后,上清液依次经微孔滤膜(5.11)过滤和RP固相萃取柱(5.12)净化,样液待测。

注:纤维面贴膜类样品均称取面膜液。

7.1.3 平行试验

平行做两份试验。

7.2 测定条件

 离子色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:METROSEP C₈(250 mm×4 mm,5 μm),或相当者;
- b) 淋洗液:4 mmol/L硝酸溶液(5.7);
- c) 流速:0.9 mL/min;
- d) 洗脱条件:等度洗脱;

- e) 进样量:250 μL;
- f) 柱温:30 ℃;
- g) 检测池温度:40 ℃;
- h) 检测器:阳离子电导检测器。

7.3 标准曲线的绘制

将丁卡因标准储备溶液(5.9)用水逐级稀释,得到质量浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的系列标准工作溶液,供离子色谱测定。按 7.2 的测定条件浓度由低到高依次进样测定,以测定的峰面积为纵坐标,对应的标准溶液质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。

丁卡因标准溶液的离子色谱图见附录 B 中图 B.1。

7.4 测定

按 7.2 测定条件对待测样品进行测定,根据保留时间初步定性,外标法定量。丁卡因及其盐类含量(以丁卡因计)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-串联质谱进行确证试验(见附录 C)。

7.5 空白试验

除不称取样品外,按 7.1~7.4 步骤与测试平行进行测定。

8 试验数据处理

试样中丁卡因及其盐类的含量按式(1)计算:

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

571C

式中:

- ω —— 试样中丁卡因及其盐类(以丁卡因计)的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - ρ —— 从标准工作曲线上得到的试样溶液中丁卡因质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - ρ₀ —— 从标准工作曲线上得到的空白溶液中丁卡因质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
 - m —— 试样质量,单位为克(g)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

9 回收率

在添加浓度 25 mg/kg~500 mg/kg 范围内,回收率为 87.6%~105.2%。

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)
丁卡因的结构式

丁卡因的结构式见图 A.1。

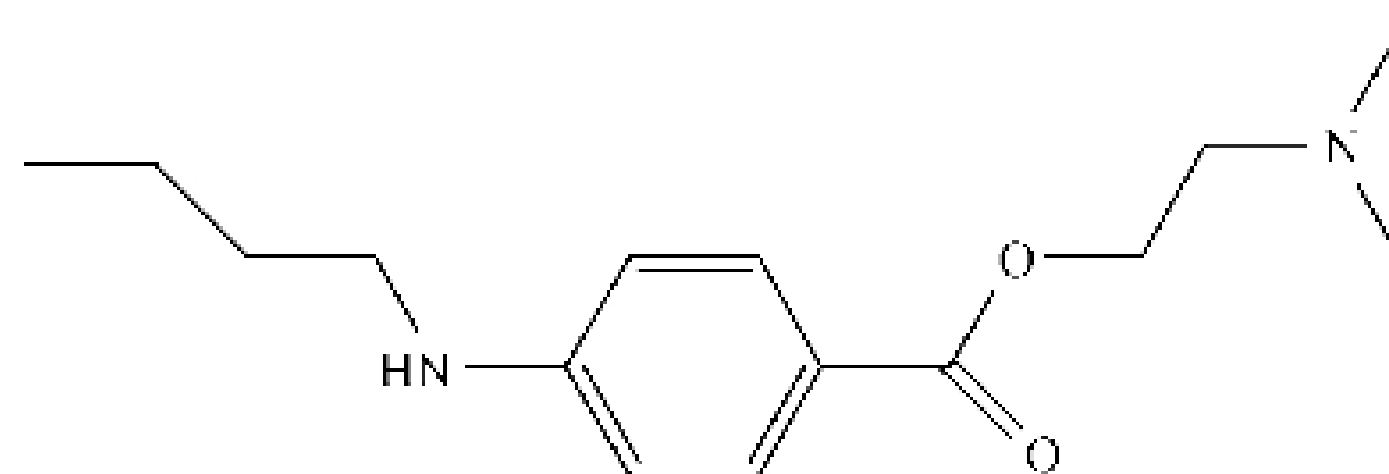


图 A.1 丁卡因的结构式

附 录 B
(资料性)

丁卡因标准溶液的离子色谱图

丁卡因标准溶液的离子色谱图见图 B.1。

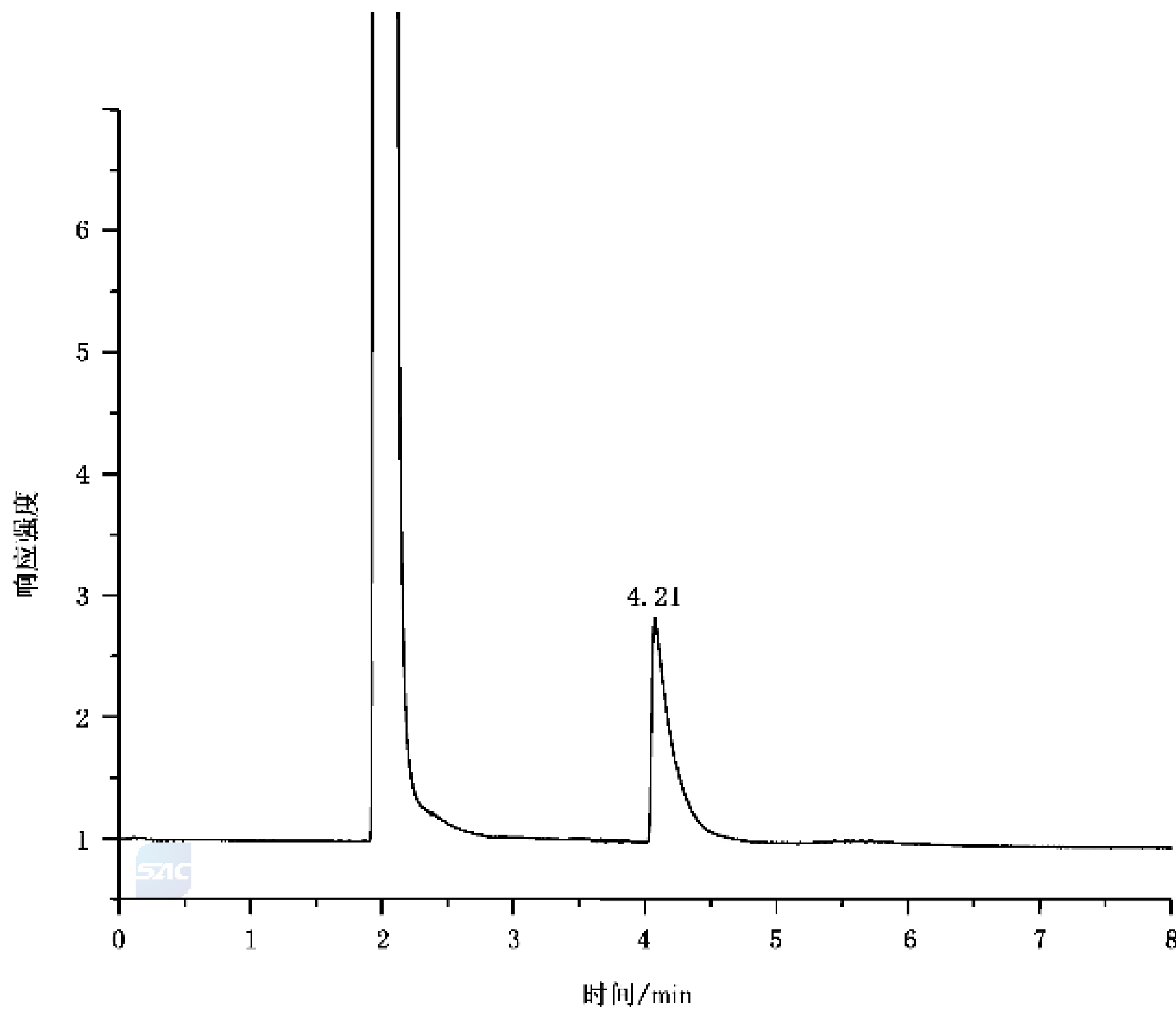


图 B.1 丁卡因标准溶液的离子色谱图

附 录 C
(资料性)
确证试验

C.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：XBridge C₁₈, 3.5 μm, 150 mm×2.1 mm(内径)；
- b) 流动相：水+甲醇=20+80(体积比)；
- c) 流速：0.3 mL/min；
- d) 柱温：30 ℃；
- e) 进样量：5 μL。

C.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 离子源：电喷雾离子源(ESI)；
- b) 离子化模式：正离子模式；
- c) 毛细管电压：3.5 kV；
- d) 萃取电压：3.0 V；
- e) 离子源温度：150 ℃；
- f) 脱溶剂气温度：500 ℃；
- g) 数据采集方式：多反应监测(MRM)。

C.3 定性测定

进行试样测定时,将样液适当稀释,按液相色谱-质谱条件测定样液和标准工作溶液,如果所选择的离子均出现,而且所选择的离子比与标准物质的相对丰度一致,允许相对偏差不超过表 C.1 规定的范围,则可判断样品中含有丁卡因或其盐类。丁卡因标准溶液的提取离子质量色谱图见图 C.1。

表 C.1 丁卡因及其盐类的质谱分析参数

化合物	定性离子对 <i>m/z</i>	锥孔电压 V	碰撞能量 eV	相对离子丰度 %	允许相对偏差 %
丁卡因及其盐类	265,1/176,1	3,0	21	100	±25
	265,1/71,9	3,0	35	27	



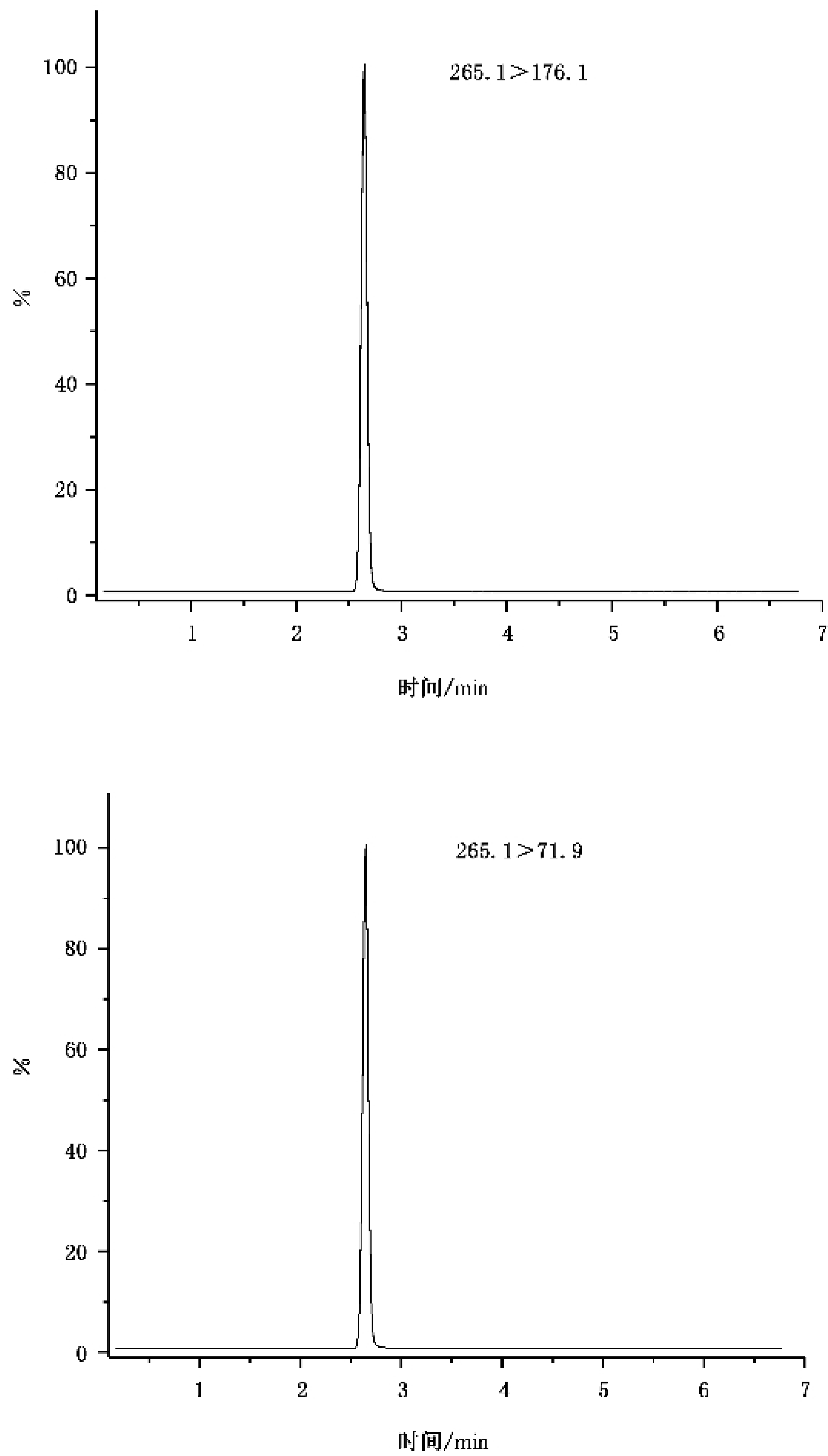


图 C.1 丁卡因标准溶液的提取离子质量色谱图