



中华人民共和国国家标准

GB/T 40898—2021

化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法

Determination of prohibited bemegride and its salts 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：马强、郭项雨、李文涛、陈萌、尚宇瀚、白桦。



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。



化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定

高效液相色谱法

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贝美格及其盐类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。

本文件适用于乳液类、膏霜类和水剂类化妆品中贝美格及其盐类的测定。

本文件中贝美格及其盐类(以贝美格计)的方法检出限为 2 mg/kg,定量限为 5 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,离心过滤后,以高效液相色谱进行测定,根据保留时间及紫外吸收光谱图初步定性,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 乙腈:色谱纯。

5.4 氨水:含量(NH₃)25% ~ 28%。

5.5 氯化钠:固体。

5.6 贝美格标准物质:分子式 C₈H₁₃NO₂,CAS 号 64-65-3,纯度不小于 98%,结构式见附录 A 中图 A.1。

5.7 0.3%氨水:取 0.3 mL 氨水(5.4)加入 100 mL 容量瓶中,加水稀释并定容至刻度得到 0.3%(体积分数)氨水。

5.8 贝美格标准储备液:称取贝美格标准物质(5.6)10 mg,精确至 0.1 mg,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(5.2)溶解并定容至刻度,摇匀,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。

5.9 具塞塑料离心管:15 mL。

5.10 微孔滤膜:孔径 0.45 μm ,有机相。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱(HPLC)仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

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:感量 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:10 mL。

7 试验步骤

7.1 样品处理

7.1.1 乳液和膏霜类样品

称取约 1 g 样品,精确至 0.001 g,置于 10 mL 具塞比色管(6.6)中,加入甲醇(5.2)并定容至刻度,再加入 2 g 氯化钠(5.5)进行破乳,摇匀,超声提取 20 min,将样液转移至具塞塑料离心管(5.9)中,5 000 r/min 离心 15 min 后,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜(5.10)过滤待测。

7.1.2 水剂类样品

称取约 1 g 样品,精确至 0.001 g,置于 10 mL 具塞比色管(6.6)中,加入甲醇(5.2)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(5.9)中,5 000 r/min 离心 15 min 后,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜(5.10)过滤待测。

7.1.3 平行试验

平行做两份试验。

7.2 测定条件

高效液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,250 mm $\times$ 4.6 mm(内径),5 μm ,或相当者;
- b) 流速:1.0 mL/min;
- c) 流动相:甲醇(A)和水(B),梯度洗脱:0 ~ 5.2 min,50% A;5.2 min ~ 6.2 min,50% A ~ 95% A;6.2 min ~ 9 min 95% A;9 min ~ 10 min,95% ~ 50% A;
- d) 检测波长:210 nm;
- e) 柱温:30 ℃;
- f) 进样量:10 μL 。

7.3 标准曲线的绘制

用甲醇(5.2)将贝美格标准储备液(5.8)逐级稀释到质量浓度为 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、

10 mg/L的系列标准工作溶液,供高效液相色谱测定。按 7.2 测定条件浓度依次由低向高进样测定,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。

贝美格标准溶液的高效液相色谱图见附录 A 中图 A.2,贝美格标准溶液的紫外吸收光谱图见图 A.3。

7.4 测定

按 7.2 测定条件对待测样品进行测定,根据保留时间及紫外吸收光谱图初步定性,外标法定量。贝美格及其盐类的含量(以贝美格计)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 B)。

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

试样中贝美格及其盐类的含量按式(1)计算:

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

.....(1)

式中:

- ω ——试样中贝美格及其盐类(以贝美格计)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贝美格质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——从标准工作曲线上得到的空白溶液中贝美格质量浓度,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 5 mg/kg ~ 100 mg/kg 范围内,回收率为 87.6% ~ 105.8%。

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)

贝美格的结构式、贝美格标准溶液的高效液相色谱图和紫外吸收光谱图

贝美格的结构式见图 A.1。贝美格标准溶液的高效液相色谱图见图 A.2。贝美格标准溶液的紫外吸收光谱图见图 A.3。

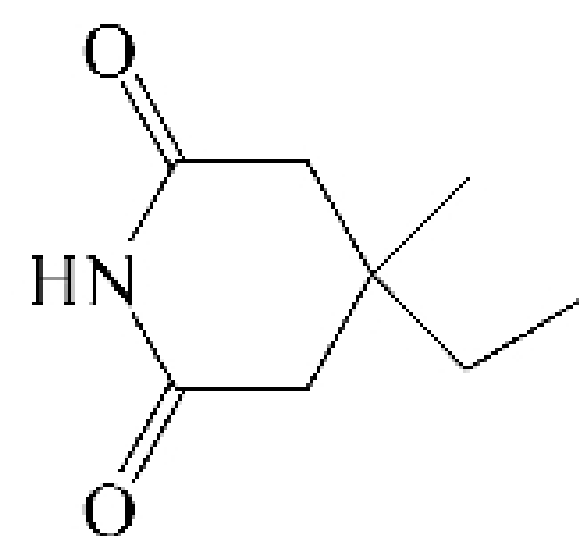


图 A.1 贝美格的结构式

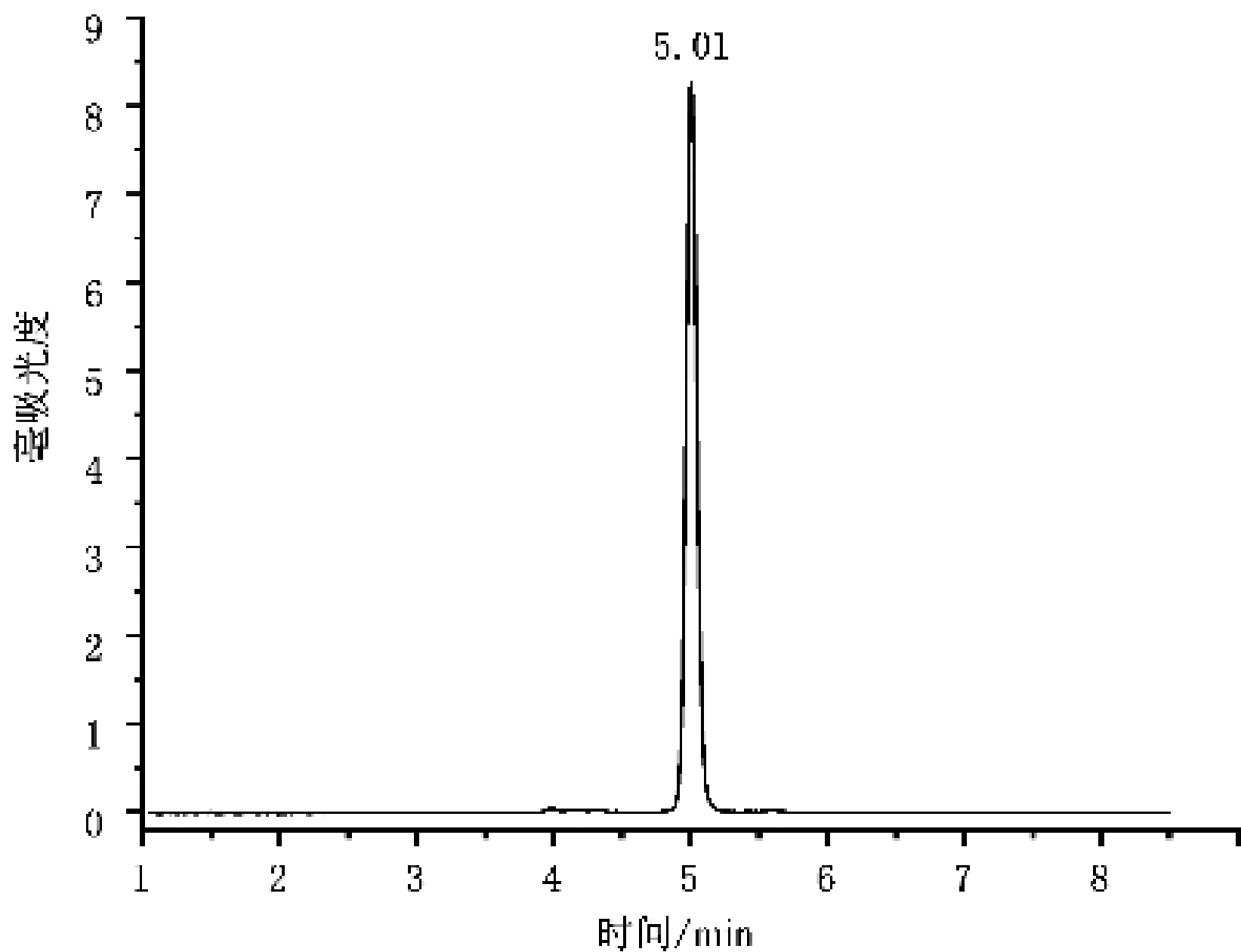


图 A.2 贝美格标准溶液的高效液相色谱图



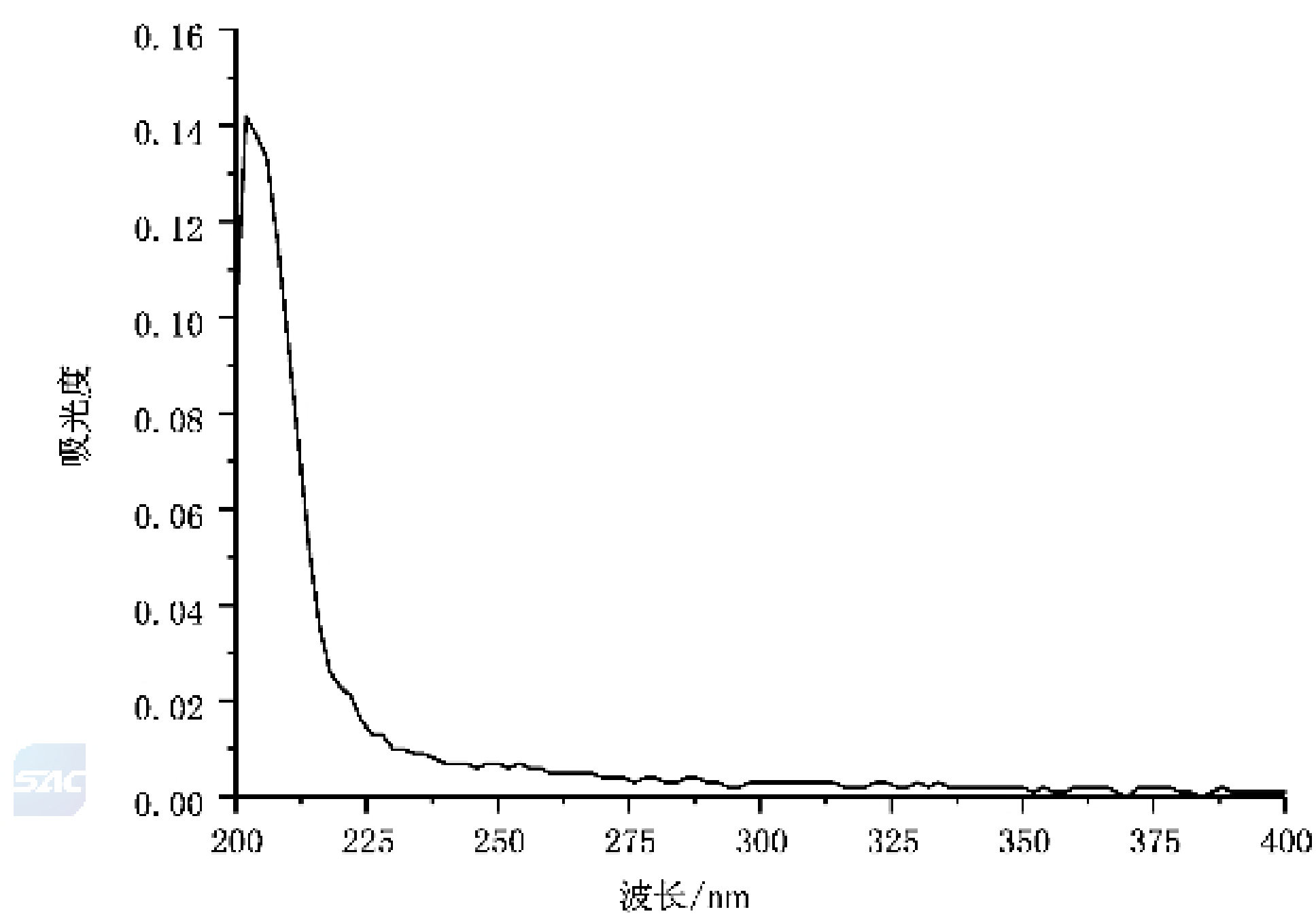


图 A.3 贝美格标准溶液的紫外吸收光谱图

附录 B
(资料性)
确证试验

B.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：0.3%氨水溶液 + 乙腈 = 20 + 80(体积比)；
- c) 流速：0.3 mL/min；
- d) 柱温：30 ℃；
- e) 进样量：5 μL。

B.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：负离子模式；
- c) 毛细管电压：2.5 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)。

B.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 B.1 规定的范围，则可判断样品中含有贝美格或其盐类。贝美格标准溶液的提取离子质量色谱图见图 B.1。

表 B.1 贝美格及其盐类的质谱分析参数

化合物	定性离子对 m/z	锥孔电压/V	碰撞能量/eV	相对离子丰度/%	允许相对偏差/%
贝美格及其盐类	154.2/121.1, 154.2/138.1	3.0	18, 20	100, 52	±20

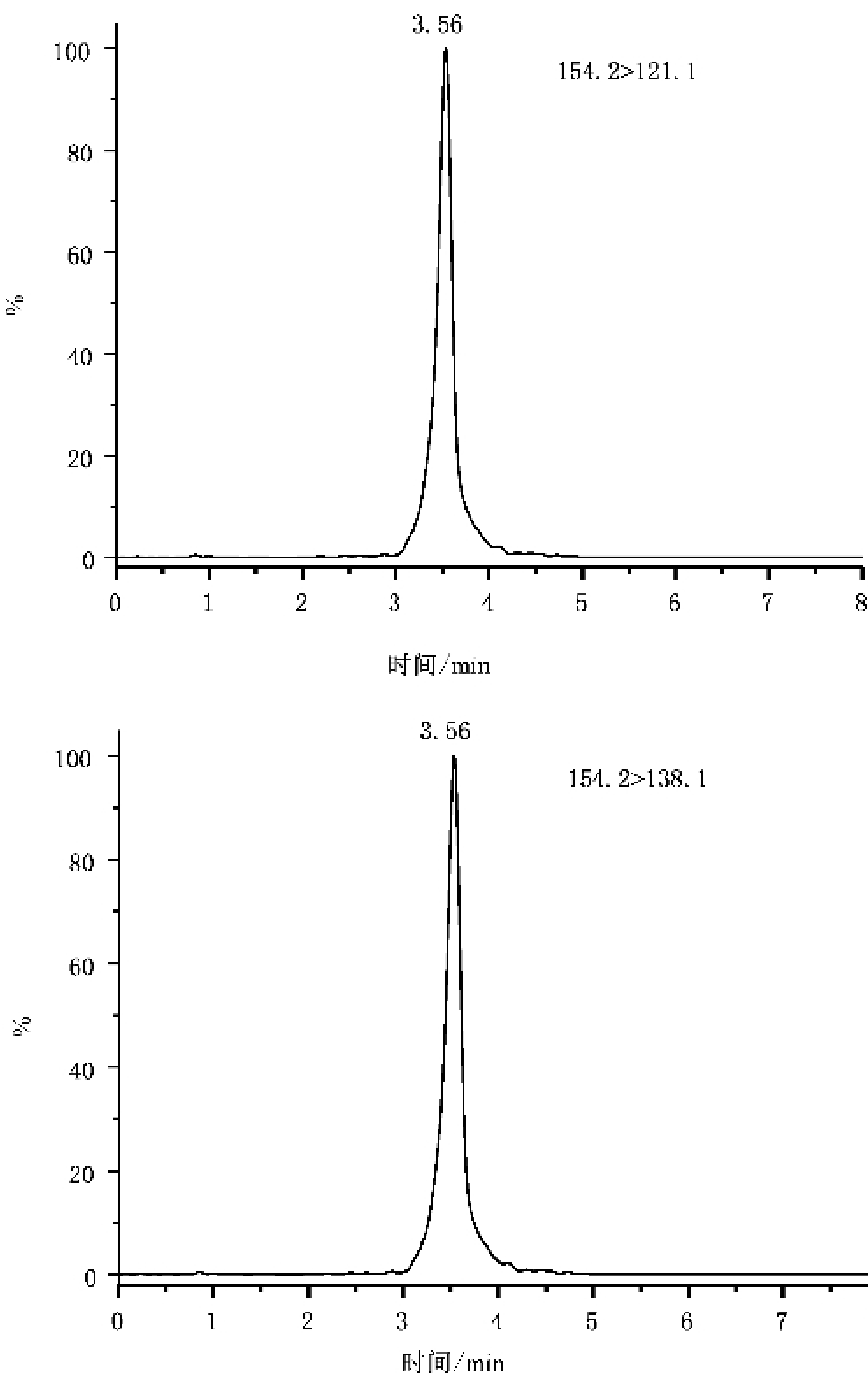


图 B.1 贝美格标准溶液的提取离子质量色谱图