ICS 71.100.70
Y 42

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

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 fluoresent brightener 367 and fluoresent brightener 393 in cosmetics - Liquid chromatography tandem mass spectrometry

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。
本标准由中国轻工业联合会提出。
本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。
本标准起草单位：
本标准主要起草人：

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

本标准规定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。

本标准适用于水剂类、非蜡基膏霜类、乳液类化妆品、粉底和面膜中荧光增白剂367和荧光增白剂393的测定。

本标准的方法检出限和定量限：荧光增白剂367和荧光增白剂393的检出限均为0.100 mg/kg，定量限均为0.300 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

试样经乙腈提取、离心、稀释、过滤后，用高效液相色谱串联质谱法测定，外标法定量。

4 试剂或材料

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。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 乙酸铵：色谱纯。

4.3 三氯甲烷：色谱纯。

4.4 5 mmol/L 乙酸铵溶液：准确称取 0.3854 g 乙酸铵（4.2），用水溶解并定容至 1 L。

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

4.6 混合标准中间工作溶液：分别准确称取适量标准物质（4.5）（精确至 0.1 mg），用三氯甲烷（4.3）配制成质量浓度为 100 μg/mL 的单标标准贮备液（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（4.1）定容，制得混合标准中间工作溶液（各为 1.0 μg/mL，现配现用）。

4.7 滤膜：孔径为 0.22 μm 的有机系滤膜。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱-三重四级杆质谱联用仪：配有电喷雾离子源。

5.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。

5.3 漩涡振荡器。

5.4 超声波清洗仪。

5.5 高速离心机：最高转速不低于 10 000 r/min。

6 试验步骤

6.1 试样处理

取样前先将样品充分混匀，面膜样品取其中的精华液进行测定。

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（4.1），涡旋混匀，超声提取15 min，冷却至室温，用乙腈（4.1）定容至10 mL，取1.5 mL溶液至离心管中，1 0000 r/min 离心3 min，取1.0 mL上清液，用乙腈（4.1）稀释至10 mL，稀释液经滤膜过滤后供高效液相色谱-三重四级杆质谱联用仪测定。

6.2 测定

6.2.1 高效液相色谱参考工作条件

高效液相色谱参考工作条件如下：

a) 色谱柱：C_{18}柱，1.7 μm，50 mm × 2.1 mm（内径），或相当者；

b) 流动相：乙腈（4.1）和5 mmol/L乙酸铵溶液（4.4），梯度洗脱条件见表1；

c) 流速：0.3 mL/min；

d) 柱温：30 ℃；

e) 进样量：5 μL。

表1 高效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

6.2.2 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：5500 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						

6.2.3　标准工作曲线绘制

取相应的空白样品，按照6.1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（4.6），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高效液相色谱和质谱参考工作条件（6.2.1和6.2.2）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参见附录B图B.1。

6.2.4　试样测定

按高效液相色谱和质谱参考工作条件（6.2.1 和 6.2.2）测定试样溶液（6.1），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（4.1）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 /%	>50	50 ≥k > 20	20≥k > 10	≤10
允许的最大偏差/%	± 20	±25	±30	±50

6.3　空白试验

除不称取试样外，均按6.1～6.2进行测定。

7　试验数据处理

结果按下式计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V_1 \times V_2}{m \times 1000} \times f \times \frac{1000}{1000}$$

式中：

X_i——试样中被测组分的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

c_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 (μg/L)；

c_0——从标准曲线得到的空白样品溶液中被测组分的质量浓度，单位为微克每升 (μg/L)；

V_1——首次乙腈定容的体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——第二次乙腈稀释定容的体积，单位为毫升 (mL)；
m ——试样质量，单位为克 (g)；
f ——稀释倍数。
结果保留三位有效数字。

8 回收率和精密度

荧光增白剂367和荧光增白剂393在添加浓度为0.300 mg/kg ~ 3.00 mg/kg范围内，回收率在80% ~ 115 %之间，相对标准偏差小于15%。

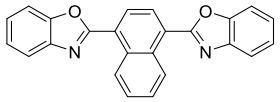
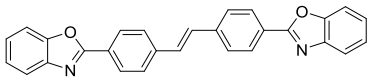
9 允许差

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 15％。

附　录　A
（资料性附录）
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的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量及化学结构式参见表A.1。

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

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	Fluoresent Brightener 367	5089-22-5	$C_{24}H_{14}N_2O_2$	362.38	
2	荧光增白剂 393	Fluoresent Brightener 393	1533-45-5	$C_{28}H_{18}N_2O_2$	414.45	

附　录　B
（资料性附录）

荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 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参见图 B.1

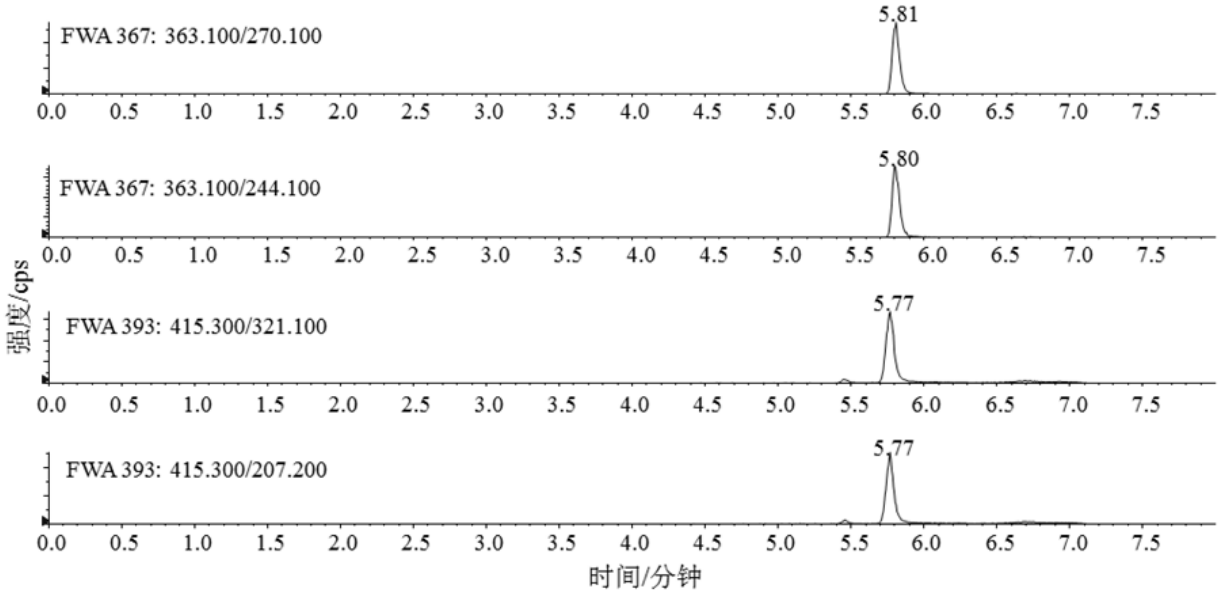


图 B. 1 荧光增白剂 367 和荧光增白剂 393 的多反应监测色谱图