



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

## 化妆品中禁用组分酸性红 73 和溶剂红 1 的 测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of prohibited colorants Acid red 73 and Solvent red 1 in cosmetics—  
HPLC-MS/MS

(在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上)

(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。

本标准由轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC257）归口。

本标准起草单位：上海香料研究所有限公司、上海市质量监督检验技术研究院

本标准主要起草人：

## 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）》规定的禁用物质。

禁用物质是指不能作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中的物质。《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。

# 化妆品中禁用组分酸性红 73 和溶剂红 1 的测定 液相色谱-串联质谱法

## 1 范围

本文件规定了化妆品中酸性红73（CI 27290）和溶剂红1（CI 12150）的液相色谱-串联质谱方法。本文件适用于指甲油、唇膏、粉底等化妆品中酸性红73（CI 27290）和溶剂红1（CI 12150）的测定。本文件酸性红73和溶剂红1的方法检出限均为0.0335 mg/kg，定量限为0.100 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

试样经四氢呋喃、氨水溶液、甲醇超声分散提取后离心，0.22 μm 的滤膜过滤，溶液注入液相色谱质谱联用仪检测，外标法定量。

## 5 试剂和材料

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。

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 乙酸铵：HPLC 纯。

5.4 四氢呋喃：HPLC 纯。

5.5 甲醇-四氢呋喃（1：1）溶液。

5.6 氯化钠：分析纯。

5.7 氨水：优级纯 25%~28%。

5.8 一级水

5.9 禁用着色剂标准储备液：准确称取酸性红 73 (CI 27290)，溶剂红 1 (CI 12150) 各 10 mg (精确到 0.1 mg)，用甲醇溶解后，定容到 10 mL，配成各目标物浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。

4.10 标准工作溶液：准确移取酸性红 73 和溶剂红 1 的标准储备液 (5.6) 0.2 mL，于同一 10 mL 的容量瓶中，用甲醇-四氢呋喃 (5.5) 定容至刻度，配成 20 mg/L 的混合标准溶液，使用空白基质溶液稀释配置成 0.002 mg/L, 0.005 mg/L, 0.01 mg/L, 0.05 mg/L, 0.1mg/L, 0.5 mg/L 的系列标准工作溶液，用于标准曲线的绘制。

## 6 仪器和设备

6.1 液相色谱质谱联用仪。

6.2 分析天平，感量为 0.001 g 和 0.0001 g。

6.3 超声振荡器。

6.4 离心机：(转速 $\geq$ 10000 r/min)。

6.5 滤膜：孔径 0.22  $\mu$ m。

6.6 具塞比色管，10 mL 或 25 mL。

6.7 涡旋振荡器。

## 7 测定步骤

### 7.1 样品处理

#### 7.1.1 指甲油、唇膏类

称取样品约 0.2 g (精确至 0.0001 g) 25ml 于具塞比色管中，加入 2 mL 四氢呋喃(5.4)和 1 mL 氨水 (5.7)，涡旋混合 1 min 分散溶解样品，超声提取 10 min。再加入甲醇 7 mL 涡旋混合 1 min，超声提取 10 min。样品在 7 000 r/min 离心 10 min，取上清液经 0.22  $\mu$ m 微孔滤膜 (亲水性 PTFE) 过滤后待检测。

#### 7.1.1 散粉类

称取样品约 0.2 g (精确至 0.0001 g) 25ml 于具塞比色管中，加入 2 mL 四氢呋喃(5.4)，1 mL 一级水 (5.8)，1.0g 氯化钠 (5.6)，涡旋混合 1 min 分散溶解样品，超声提取 10 min。再加入甲醇 8 mL 涡旋混合 1 min，超声提取 10 min。样品在 7 000 r/min 离心 10 min，取上清液经 0.22  $\mu$ m 微孔滤膜 (亲水性 PTFE) 过滤后待检测。

### 7.2 液相色谱条件

- 色谱柱规格：ACQUITY UPLC BEH-C18 色谱柱，50 mm $\times$ 3.0 mm (粒径 1.7  $\mu$ m)，或相当者；
- 流动相：A 相为 5 mmol/L 乙酸铵溶液；B 相为乙腈，梯度洗脱程序见表 1；
- 柱温：35  $^{\circ}$ C；

- d) 流动相流速: 0.4 mL/min;  
e) 进样量: 2  $\mu$ L。

表 1 梯度洗脱程序

| Time (min) | A (%) | B (%) |
|------------|-------|-------|
| 0.0        | 90    | 10    |
| 0.2        | 90    | 10    |
| 3.0        | 50    | 50    |
| 5.0        | 10    | 90    |
| 6.0        | 10    | 90    |
| 6.1        | 90    | 10    |
| 7.0        | 90    | 10    |

### 7.3 质谱条件

- a) 电离方式: 电喷雾电离, 正离子模式;  
b) 毛细管电压: 正离子模式3.0 kV;  
c) 离子源温度: 150  $^{\circ}$ C;  
d) 脱溶剂气: 氮气, 流速800 L/h, 温度500  $^{\circ}$ C;  
e) 扫描模式: 多反应监测 (MRM), 定性离子对、定量离子对、锥孔电压和碰撞气能量、相对丰度和允许偏差见表2。

表 2 各禁用着色剂的定量离子对、定性离子对、锥孔电压和碰撞气能量

| 中文名称               | CAS号      | 定量离子对<br>(m/z) | 定性离子对<br>(m/z)             | 锥孔电压<br>/V | 碰撞气能量<br>/eV |
|--------------------|-----------|----------------|----------------------------|------------|--------------|
| 酸性红73<br>(CI27290) | 5413-75-2 | 513.2>196.4    | 513.2>120.2<br>513.2>92.2  | 42         | 24, 30, 32   |
| 溶剂红1<br>(CI12150)  | 1229-55-6 | 279.1>108.2    | 279.1>156.2<br>279.1>247.9 | 22         | 32, 16, 13   |

### 7.4 标准工作曲线绘制

按 6.2 和 6.3 仪器条件检测, 以标准系列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。

### 7.5 定性确证

在6.2和6.3仪器条件下, 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3的规定, 则判断样品中存在相关目标化合物。

表3 定性离子相对丰度的最大允许偏差

| 相对离子丰度  | k>50 %     | 20 %<k $\le$ 50 % | 10 %<k $\le$ 20 % | k $\le$ 10 % |
|---------|------------|-------------------|-------------------|--------------|
| 允许的相对偏差 | $\pm$ 20 % | $\pm$ 25 %        | $\pm$ 30 %        | $\pm$ 50 %   |

### 7.6 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以各染料的标准溶液浓度为横坐标, 各自的定量离子的峰面积为纵坐标, 做标准曲线线性回归方程, 以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

试样溶液中各染料的响应值应在标准曲线线性范围内,超过线性范围则应将提取液稀释后测定或增加提取溶剂的量重新检测。

### 7.7 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

### 7.6 平行试验

样品中各禁用着色剂的含量应根据两次独立的平行试验结果的平均值确定。

## 8 结果计算

样品中各着色剂含量的计算按公式(1)计算:

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中染料的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$C$ ——从标准曲线中得出的染料的浓度(应扣除空白值),单位为微克每毫升(mg/L);

$V$ ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 9 回收率和精密度

在添加浓度0.25 mg/kg~2.5mg/kg范围内,回收率在60%~120%之间,相对标准偏差小于10%。

## 10 允许差

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%