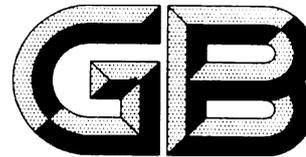


ICS 71.100.70

CCS Y 42



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中羟吡啶酮的测定 高效液相色谱法

Determination of hydroxypyridinone in cosmetics — High performance
liquid chromatography

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX

国家市场监督管理总局
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。

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：***。

本文件主要起草人：***。

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。

化妆品中羟吡啶酮的测定 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羟吡啶酮的高效液相色谱测定法的原理、试剂和材料、仪器设备、试样制备和试验步骤、试验数据处理、回收率和精密度、允许差等内容。

本文件适用于化妆品中羟吡啶酮的测定。

本文件方法检出限为8.0 μg/g，定量限为20.0 μg/g。

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

试样经乙腈提取，用高效液相色谱/二极管阵列检测器检测，以保留时间和紫外吸收光谱定性，外标法定量。

5 试剂和材料

- 5.1 水：GB/T 6682 规定的一级水。
- 5.2 羟吡啶酮对照品：纯度 $\geq 95\%$ ，CAS 号：822-89-9。
- 5.3 乙腈：色谱纯。
- 5.4 氢氧化钠：分析纯。

- 5.5 硫酸二甲酯：分析纯。
- 5.6 磷酸：分析纯。
- 5.7 三乙胺：分析纯。
- 5.8 氢氧化溶液（0.3 mol/L）：准确称取 12.0 g 氢氧化钠（5.4），适量水溶解后，加水稀释至 1L。
- 5.9 流动相溶液：量取 950 mL 乙腈（5.3），加入 50 mL 水，再加入 2 mL 磷酸（5.6）和 1 mL 三乙胺（5.7），混合均匀。
- 5.10 羟吡啶酮标准储备溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确称取羟吡啶酮对照品（5.2）适量（精确至 0.01 mg）于 10 mL 棕色容量瓶中，用乙腈（5.3）定容至刻度，混合均匀。
- 5.11 羟吡啶酮标准工作溶液：取适量羟吡啶酮标准储备溶液（5.10），分别用乙腈（5.3）配制成浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。
- 5.12 有机滤膜：孔径 0.22 μm 。

6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪：配二极管阵列检测器。
- 6.1 高效液相色谱串联质谱仪：配电喷雾离子源（ESI 源）。
- 6.2 分析天平：感量为 0.1 mg、0.01 mg。
- 6.3 涡旋振荡器。
- 6.4 超声波清洗仪：功率不低于 250 W。
- 6.5 恒温水浴锅： $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

7 试样制备和试验步骤

7.1 试样制备

称取样品 0.5 g（精确至 0.1 mg）于 10 mL 具塞比色管中，加入 1 mL 乙腈（5.3），涡旋 30 s 使样品分散，再用乙腈定容至刻度，涡旋 30 s 后，超声提取 15 min。冷却至室温后，经 0.22 μm 滤膜过滤后待测。

7.2 测定条件

由于实验室仪器设备的多样性，因此不可能给出分析条件的普遍参数，采用下列操作条件已被证明对测试是合适的：

- a) 色谱柱：Waters Atlantis Hilic（4.6 mm \times 250 mm \times 5 μm ），或等效色谱柱；
- b) 流动相：乙腈-磷酸-三乙胺水溶液（乙腈:水:磷酸:三乙胺=950:50:2:1, v/v）（5.9），等度洗脱；
- c) 柱温：30 $^\circ\text{C}$ ；
- d) 流速：1 mL/min；

e) 进样量：20 μL ；

f) 检测波长：306 nm。

7.3 标准工作曲线绘制

试样测定时，如果检出被测物色谱峰的保留时间与对照品一致，并且在扣除背景后的试样色谱图中，该物质的紫外吸收图与对照品的紫外吸收图相一致，可判定该试样含有羟吡啶酮。将标准工作溶液（5.10）按照7.2的测定条件由低至高浓度进行测定，以标准溶液浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。

7.4 试样测定

将试样溶液（7.1）按照7.2的测定条件进行测定，得到试样中待测组分的峰面积，从标准工作曲线上得到相应的浓度。试样溶液中待测组分的响应值应在标准工作曲线的线性范围内，超过线性范围则应稀释后测定。

羟吡啶酮对照物质的高效液相色谱图参见附录A图A.1。羟吡啶酮对照物质紫外吸收图见附录A中的图A.2。

7.5 空白试验

除不加入试样外，均按7.1~7.4进行测定。

8 试验数据处理

试样中羟吡啶酮的含量按式（1）计算获得：

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω —— 试样中羟吡啶酮的含量，单位为 $\mu\text{g/g}$ ；

ρ —— 试样溶液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V —— 试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

m —— 试样取样量，单位为克(g)。

计算结果保留3位有效数字。

9 回收率

羟吡啶酮在添加浓度为20 mg/kg ~ 1000 mg/kg范围内，回收率在91.8%~96.7%之间。

10 精密度

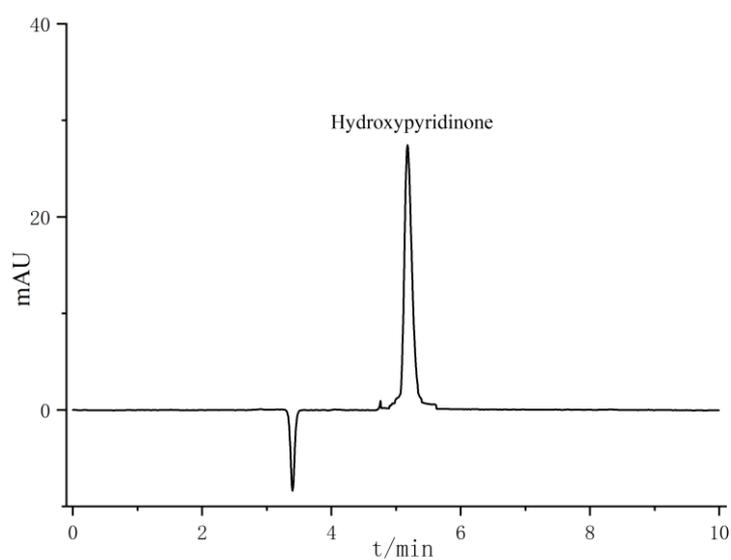
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附录 A

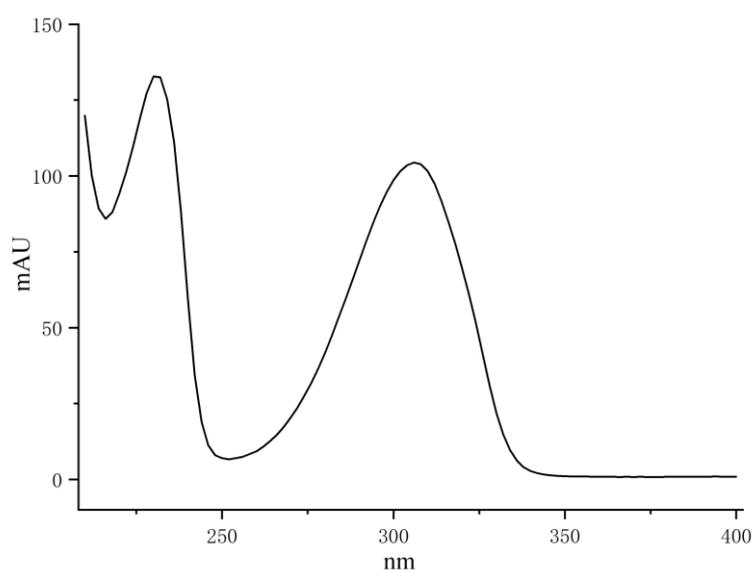
(资料性)

羟吡啶酮标准溶液的色谱图和光谱图

羟吡啶酮标准溶液的色谱图参见图A.1，光谱图参见图A.2。



图A.1 羟吡啶酮对照物质的高效液相色谱图



图A.2 羟吡啶酮对照物质紫外吸收图

附录 B

(资料性)

高效液相色谱/串联质谱确证试验

必要时，可采用高效液相色谱/串联质谱法进行确证，以检查样品中是否有其他组分干扰羟吡啶酮的测定。

B.1 液相色谱条件

液相色谱条件测定参考条件如下：

- a) 色谱柱：Agilent SB C18 (2.1 mm × 100 mm, 2.7 μm)；
- b) 流动相：A：0.1% 甲酸水溶液，A 为乙腈，等度洗脱 ($v_A:v_B = 9:1$)；
- c) 柱温：30 °C；
- d) 流量：0.3 mL/min；
- e) 进样量：2 μL。

B.2 质谱条件

质谱测定参考条件如下：

- a) 电离方式：ESI+
- b) 喷雾电压：4500 V；
- c) 气帘气：137 kPa；
- d) 雾化气：344.7 kPa；
- e) 碰撞气：62.1 kPa；
- f) 气离子源温度：450 °C；
- g) 扫描模式：多反应监测 (MRM) 模式，羟吡啶酮衍生物的质谱参数见表B.1。

表 B.1 羟吡啶酮的质谱参数

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	CE/eV	DP/V
羟吡啶酮	126.1	95	30	20.0

衍生物		67	35	23.0
-----	--	----	----	------

B.3 标准溶液制备

移取适量体积的标准储备液（5.10），用乙腈（5.3）配制成浓度为500 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作溶液。移取标准工作溶液1 mL于比色管内，加入0.5 mL 0.3 mol/L氢氧化钠溶液，涡旋30 s后，加入50 μL 硫酸二甲酯，涡旋30 s，于37 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热15 min后，再加入50 μL 三乙胺，涡旋30 s，取衍生后的标准溶液用纯水稀释10倍，经0.22 μm 滤膜过滤后测定。

B.4 试样制备

取按7.1制备的样液1 mL于比色管中，加入0.5 mL 0.3 mol/L的氢氧化钠溶液，涡旋30 s后，加入50 μL 硫酸二甲酯，涡旋30 s，于37 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热15 min后，再加入50 μL 三乙胺，涡旋30 s，取样液用纯水稀释10倍（必要时可增大稀释倍数），经0.22 μm 滤膜过滤后待测。
