

舒缓、修护类化妆品中 52种抗过敏成分的 测定 液相色谱串联质谱法

Detection of 52 rohibited anti-allergic ingredients in soothing and repairing
cosmetics-Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2024-11-13发布

2025-02-13实施

目 次

| | |
|--|----|
| 前言 | II |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 方法原理 | 1 |
| 5 试剂与材料 | 1 |
| 5.1 通用要求 | 1 |
| 5.2 试剂 | 2 |
| 5.3 试剂配制 | 2 |
| 5.4 标准物质 | 2 |
| 5.5 标准储备溶液配制 | 2 |
| 5.6 材料 | 2 |
| 5.7 仪器和设备 | 2 |
| 6 分析步骤 | 2 |
| 6.1 筛查用混合标准溶液 | 2 |
| 6.2 空白基质提取液制备 | 2 |
| 6.3 基质混合标准中间液制备 | 3 |
| 6.4 基质混合系列标准溶液的制备 | 3 |
| 6.5 样品处理 | 3 |
| 6.6 仪器参考条件 | 3 |
| 6.7 定性判定 | 7 |
| 6.8 定量测定 | 7 |
| 6.9 空白试验 | 7 |
| 7 结果计算 | 7 |
| 8 灵敏度 | 7 |
| 9 精密度 | 9 |
| 附录 A (资料性) 52种抗过敏成分的中文名称、英文名称、CAS号及分子式 | 10 |
| 附录 B (资料性) 52种抗过敏成分提取离子图 | 12 |

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。

本文件由湖南省药品监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：湖南省药品检验检测研究院、水羊化妆品制造有限公司。

本文件主要起草人：殷帅、潘小红、尹伟成、黄海萍、章为、吴志珊、涂晓琴、刘玉玲、赵薇、姜成君、张廷志、刘泽鑫、谈金女、肖雄志、杨湘。

舒缓、修护类化妆品中 52种抗过敏成分的测定 液相色谱串联质谱法

1 范围

本文件规定了舒缓修护类化妆品中52种抗过敏成分高效液相色谱串联质谱法。

本文件适用于舒缓修护类化妆品中52种抗过敏成分的测定，包括：布可立嗪、卡比沙明、氯苯甲嗪、奥沙米特、苯噻啶、苯托沙敏、氮异丙嗪、多塞平、甲吡吩嗪、雷尼替丁、氯吡拉敏、溴苯海明、异丁嗪、苯吡丙胺、吡咯咪唑、二氧丙嗪、法莫替丁、美克洛嗪、美吡拉敏、脑益嗪、去氯羟嗪、西咪替丁、安他唑啉、地氯雷他定、氯苯那敏、阿司咪唑、曲吡那敏、溴苯那敏、苯海拉明、异丙嗪、羟嗪、奋乃静、西替利嗪、氟奋乃静、氯丙嗪、氯雷他定、特非那定、赛庚啶、多西拉敏、氯苯沙明、美沙吡林、赛克利嗪、二苯拉林、非索非那定、阿伐斯汀、咪唑斯汀、依巴斯汀、奥洛他定、卢帕他定、贝托斯汀、比拉斯汀、酮替芬。

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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

舒缓类化妆品 **soothing cosmetics**

有助于改善皮肤刺激等状态的化妆品。

3.2

修护类化妆品 **repairing cosmetics**

有助于维护施用部位保持正常状态的化妆品。

4 方法原理

样品以乙腈为溶剂提取，采用高效液相色谱分离，质谱检测器检测，根据保留时间和特征离子对的相对丰度比定性、定量离子对峰面积定量，以标准曲线法计算含量。

5 试剂与材料

5.1 通用要求

除另有规定外，本方法中所用试剂均为分析纯，水应符合 GB/T 6682规定的一级水。

5.2 试剂

- 5.2.1 乙腈：色谱纯。
- 5.2.2 正己烷：色谱纯。
- 5.2.3 甲醇：色谱纯。
- 5.2.4 甲酸铵：色谱纯。
- 5.2.5 甲酸：色谱纯。

5.3 试剂配制

- 5.3.1 50%乙腈溶液：取乙腈、水等体积混合，摇匀。
- 5.3.2 70%乙腈溶液：取乙腈、水按体积比 7:3 混合，摇匀。
- 5.3.3 含 0.1%甲酸的 2 mmol/L 甲酸铵水溶液：称取 0.1261 g 甲酸铵于 1000 mL 容量瓶中，加水 950 mL 溶解后，加入 1.0 mL 甲酸，用水定容至刻度，混匀，过 0.22 μm 微孔滤膜。

5.4 标准物质

本方法所包含的 52 种抗过敏成分标准品的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式详见附录 A 的表 A.1。

5.5 标准储备溶液配制

标准储备溶液：分别称取各抗过敏类成分标准品（见表 A.1）10 mg（精确到 0.00001 g）置于 10 mL 容量瓶中，加甲醇使溶解并定容至刻度。4 $^{\circ}\text{C}$ 避光贮存，保质期 3 个月。

5.6 材料

- 5.6.1 塑料锥形离心管：15 mL。
- 5.6.2 一次性塑料吸管：3 mL。
- 5.6.3 0.22 μm 有机滤膜。
- 5.6.4 具塞比色管：25 mL。

5.7 仪器和设备

- 5.7.1 液相色谱-三重四极杆质谱联用仪：配有电喷雾离子源（ESI）。
- 5.7.2 分析天平：感量为 0.0001 g 和 0.00001 g。
- 5.7.3 离心机：转速大于 6000 r/min。
- 5.7.4 涡旋混合仪。
- 5.7.5 超声波清洗仪：功率不低于 200 W。

6 分析步骤

6.1 筛查用混合标准溶液

分别取 52 种抗过敏类成分标准储备溶液适量，用初始流动相配制成浓度在定量限（见表 4）附近的溶液。临用现配。

6.2 空白基质提取液制备

称取空白试样 0.2 g (精确到 0.0001 g) , 置于 25 mL 具塞比色管中, 与样品同法处理, 作为空白基质提取液。

6.3 基质混合标准中间液制备

量取标准储备溶液各 1.0 mL, 置于 100 mL 棕色容量瓶中, 用空白基质提取液稀释至刻度, 摇匀, 制成浓度为 10.0 mg/L 的基质混合标准中间液。基质混合标准中间液临用现配。

6.4 基质混合系列标准溶液的制备

取基质混合标准中间液适量, 用空白基质提取液逐级稀释得到浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 $\mu\text{g/L}$ 基质混合系列标准溶液 (标准溶液浓度范围可根据实际情况进行调整), 基质混合系列标准溶液临用现配。

6.5 样品处理

6.5.1 膏霜乳类、液体水基类、凝胶类、面膜类样品

称取样品 0.2 g (精确到 0.0001g) , 置于 25 mL 具塞比色管中, 加入乙腈 1~2 mL, 在涡旋混合仪上振荡 30s 至试样与提取溶剂混合均匀, 然后加入乙腈至近刻度, 超声提取 20 min, 静置至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀, 以 6000 r/min 离心 10 min, 滤过 (必要时取上清液适量用 50% 乙腈溶液稀释, 稀释液经 0.22 μm 滤膜过滤), 滤液作为待测溶液。

6.5.2 液体油基类

称取样品 0.2 g (精确至 0.0001g) , 置于离心管中, 加入 2 mL 正己烷, 在涡旋混合仪上分散, 然后加入 70% 乙腈 3 mL, 涡旋振荡 2 min, 6000 r/min 离心 10 min, 吸取下层溶液至 25 mL 具塞比色管中, 上层正己烷层用 70% 乙腈 3 mL, 自“涡旋振荡 2 min, …”起, 重复上述步骤一次, 合并两次溶液, 加 50% 乙腈定容至刻度, 滤过 (必要时用适量 50% 乙腈溶液稀释, 稀释液经 0.22 μm 滤膜过滤), 滤液作为待测溶液。

6.6 仪器参考条件

6.6.1 液相色谱条件

- 色谱柱: C_{18} (100 mm \times 2.1 mm, 1.8 μm) , 或相当者;
- 柱温箱温度: 40 $^{\circ}\text{C}$;
- 进样量: 2 μL ;
- 流速: 0.3 mL/min ;
- 流动相梯度及流速见表 1。

表1 液相色谱梯度洗脱条件

| 时间 min | 流动相 A (含 0.1% 甲酸的 2 mmol/L 甲酸铵水溶液) % | 流动相 B (甲醇) % |
|-----------|---|-----------------|
| 0.0 | 80 | 20 |
| 1.0 | 80 | 20 |
| 2.5 | 40 | 60 |
| 3.5 | 20 | 80 |
| 6.0 | 1 | 99 |
| 8.0 | 1 | 99 |
| 13.0 | 80 | 20 |
| 15.0 | 80 | 20 |

6.6.2 质谱条件

- a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
- b) 扫描方式：正离子扫描；
- c) 检测方式：多反应监测（MRM）；
- d) 监测离子对及相关参数设定见表 2。

表2 52种抗过敏成分监测离子对及相关参数设定表

| 序号 | 名称 | 保留时间 min | 母离子 m/z | 子离子 m/z | 碰撞能 eV |
|----|-------|-------------|------------|------------|-----------|
| 1 | 布可立嗪 | 6.25 | 433.2 | 201.0* | 27 |
| | | | 433.2 | 166.0 | 61 |
| 2 | 卡比沙明 | 5.28 | 291.1 | 202.0* | 21 |
| | | | 291.1 | 167.0 | 42 |
| 3 | 氯苯甲嗪 | 5.64 | 301.1 | 201.0* | 18 |
| | | | 301.1 | 166.0 | 42 |
| 4 | 奥沙米特 | 5.57 | 427.2 | 167.0* | 30 |
| | | | 427.2 | 259.0 | 24 |
| 5 | 苯噻啶 | 5.59 | 296.1 | 96.0* | 27 |
| | | | 296.1 | 199.0 | 34 |
| 6 | 苯托沙敏 | 5.51 | 256.1 | 72.0* | 23 |
| | | | 256.1 | 57.0 | 55 |
| 7 | 氮异丙嗪 | 5.40 | 286.1 | 241.0* | 21 |
| | | | 286.1 | 199.0 | 47 |
| 8 | 多塞平 | 5.44 | 280.1 | 235.0* | 23 |
| | | | 280.1 | 107.0 | 27 |
| 9 | 甲吡吩嗪 | 5.60 | 297.1 | 98.0* | 25 |
| | | | 297.1 | 266.0 | 25 |
| 10 | 雷尼替丁 | 4.42 | 315.1 | 176.0* | 23 |
| | | | 315.1 | 102.0 | 48 |
| 11 | 氯吡拉敏 | 5.45 | 290.1 | 125.0* | 40 |
| | | | 290.1 | 245.0 | 20 |
| 12 | 溴苯海明 | 5.63 | 334.0 | 245.0* | 17 |
| | | | 334.0 | 166.0 | 40 |
| 13 | 异丁嗪 | 5.60 | 299.2 | 100.0* | 24 |
| | | | 299.2 | 212.0 | 30 |
| 14 | 苯吡丙胺 | 4.96 | 241.2 | 196.0* | 20 |
| | | | 241.2 | 167.0 | 53 |
| 15 | 吡咯咪唑 | 5.53 | 326.1 | 255.0* | 25 |
| | | | 326.1 | 220.0 | 31 |
| 16 | 二氧异丙嗪 | 5.04 | 317.1 | 86.0* | 25 |
| | | | 317.1 | 272.0 | 27 |

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/977041040052010013>

表2 52种抗过敏成分监测离子对相关参数设定表（续）

| 序号 | 名称 | 保留时间 min | 母离子 m/z | 子离子 m/z | 碰撞能 eV |
|----|-------|-------------|------------|------------|-----------|
| 17 | 法莫替丁 | 4.43 | 338.0 | 259.0* | 16 |
| | | | 338.0 | 189.0 | 25 |
| 18 | 美克洛嗪 | 5.93 | 391.2 | 201.0* | 24 |
| | | | 391.2 | 166.0 | 53 |
| 19 | 美吡拉敏 | 5.21 | 286.2 | 121.0* | 27 |
| | | | 286.2 | 241.0 | 21 |
| 20 | 脑益嗪 | 5.76 | 369.2 | 167.0* | 21 |
| | | | 369.2 | 201.0 | 16 |
| 21 | 去氯羟嗪 | 5.43 | 341.2 | 167.0* | 24 |
| | | | 341.2 | 152.0 | 69 |
| 22 | 西咪替丁 | 4.46 | 253.1 | 159.0* | 20 |
| | | | 253.1 | 117.0 | 21 |
| 23 | 安他唑啉 | 5.36 | 266.2 | 91.0* | 32 |
| | | | 266.2 | 196.0 | 22 |
| 24 | 地氯雷他定 | 5.44 | 311.1 | 259.0* | 29 |
| | | | 311.1 | 243.0 | 63 |
| 25 | 氯苯那敏 | 5.30 | 275.1 | 230.0* | 21 |
| | | | 275.1 | 167.0 | 51 |
| 26 | 西替利嗪 | 5.88 | 389.2 | 201.1* | 25 |
| | | | 389.2 | 165.0 | 77 |
| 27 | 阿司咪唑 | 5.18 | 459.2 | 135.0* | 41 |
| | | | 459.2 | 218.0 | 35 |
| 28 | 曲吡那敏 | 5.22 | 256.2 | 211.0* | 20 |
| | | | 256.2 | 119.0 | 38 |
| 29 | 溴苯那敏 | 5.35 | 319.0 | 167.0* | 52 |
| | | | 319.0 | 194.0 | 58 |
| 30 | 苯海拉明 | 5.39 | 256.1 | 167.0* | 18 |
| | | | 256.1 | 152.0 | 48 |
| 31 | 异丙嗪 | 5.52 | 285.1 | 86.0* | 20 |
| | | | 285.1 | 198.0 | 29 |
| 32 | 羟嗪 | 5.62 | 375.2 | 201.0* | 24 |
| | | | 375.2 | 166.0 | 51 |
| 33 | 奋乃静 | 5.87 | 404.1 | 171.0* | 32 |
| | | | 404.1 | 143.0 | 36 |
| 34 | 氟奋乃静 | 5.92 | 438.1 | 171.0* | 33 |
| | | | 438.1 | 143.0 | 39 |
| 35 | 氯丙嗪 | 5.76 | 319.1 | 86.0* | 24 |