



中华人民共和国国家标准

GB/T 39999—2021

化妆品中恩诺沙星等 15 种禁用喹诺酮类 抗生素的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of 15 kinds of prohibited quinolone-type antibiotics in cosmetics
including enrofloxacin—Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2021-04-30 发布

2021-11-01 实施

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：江苏省产品质量监督检验研究院、嘉文丽(福建)化妆品有限公司、无限极(中国)有限公司、苏州绿叶日用品有限公司、江苏奇力康皮肤药业有限公司、苏州世谱检测技术有限公司、广州质量监督检测研究院、上海市日用化学工业研究所、上海相宜本草化妆品股份有限公司、欧诗漫生物股份有限公司、广州市娇兰化妆品有限公司、完美(广东)日用品有限公司、江苏省食品药品监督检验研究院、常州市食品药品监督检验中心、河北省食品检验研究院、常州检验检测标准认证研究院。

本标准主要起草人：卢剑、曲梅、曹倩文、饶焕文、杨琼利、刘冬、吕智、寻知庆、沈敏、吴克、张征、张晓强、邹洁、杨洋、张丽华、顾洁、孙红梅、候爱霞、杨梅、张岩、林建平、宋淑文、周奇、李淑琴、杨安全、张彦红、范素芳、黄金凤、孙姗姗、马明、陈汉金、陈晓珍、郭新东、吴玉奎、彭露、王常捷、武中平。

引 言

本标准的被测物质是我国《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。

目前我国尚未规定这些物质的限量值,本标准的制定,仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。

化妆品中恩诺沙星等 15 种禁用喹诺酮类 抗生素的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中 15 种禁用喹诺酮类抗生素的液相色谱-串联质谱测定方法的原理、试剂或材料、仪器设备、试验步骤、结果计年、回收率和精密度、允许差等内容。

本标准适用于水剂类、乳液类和非蜡基膏霜类化妆品中依诺沙星、麻保沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、氟罗沙星、培氟沙星、环丙沙星、洛美沙星、丹诺沙星、恩诺沙星、奥比沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星和莫西沙星的测定。

本标准不适用于粉类化妆品中喹诺酮类抗生素的测定。

本标准 15 种喹诺酮类抗生素的方法检出限均为 0.15 mg/kg,定量限均为 0.50 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 原理

试样中的 15 种喹诺酮类抗生素采用酸化乙腈提取,离心后合并提取液并浓缩,正己烷净化,用液相色谱-串联质谱仪测定,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。

4.1 水,GB/T 6682,一级。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 甲酸:色谱纯。

4.4 正己烷:色谱纯。

4.5 0.1%甲酸乙腈溶液:准确量取 1.0 mL 甲酸(4.3)至 1 000 mL 容量瓶中,用乙腈(4.2)稀释至刻度。

4.6 0.1%甲酸溶液:准确量取 1.0 mL 甲酸(4.3)至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.7 定容液:准确量取 10 mL 乙腈(4.2)和 90 mL 0.1%甲酸溶液(4.6),混匀。

4.8 乙腈饱和的正己烷溶液:量取 20 mL 乙腈(4.2),加入到 50 mL 正己烷(4.4)中,混匀,静置,上层清液备用。

4.9 标准物质:纯度均不小于 98%,15 种喹诺酮类抗生素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 中表 A.1。

4.10 混合标准工作溶液:分别准确称取适量标准物质(4.9)(精确至 0.1 mg),用乙腈(4.2)配制成质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的单标标准贮备液(于 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,可保存 3 个月)。准确移取各单标标准贮备