

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4575—2016

出口化妆品中多种禁限用着色剂的测定 高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法

Determination of multiple prohibited and restricted colorants in
cosmetics for export—HPLC method and LC-MS/MS method

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人：刘海山、吕春华、叶有标、蒋沁婷、朱晓雨、陈笑梅。

出口化妆品中多种禁限用着色剂的测定 高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中颜料橙 5、酸性黄 36、颜料红 53、酸性紫 49、罗丹明 B、溶剂蓝 35、苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 IV、分散黄 3 和颜料红 57 的高效液相色谱测定方法和化妆品中颜料橙 5、酸性黄 36、颜料红 53、酸性紫 49、罗丹明 B、结晶紫、溶剂蓝 35、苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 IV、分散黄 3 和颜料红 57 的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于指甲油、眼影和唇膏中颜料橙 5、酸性黄 36、颜料红 53、酸性紫 49、罗丹明 B、溶剂蓝 35、苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 IV、分散黄 3 和颜料红 57 的高效液相色谱检测及指甲油、眼影和唇膏中颜料橙 5、酸性黄 36、颜料红 53、酸性紫 49、罗丹明 B、结晶紫、溶剂蓝 35、苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 IV、分散黄 3 和颜料红 57 的液相色谱-串联质谱检测。

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

第一法 液相色谱-串联质谱法

3 方法提要

用四氢呋喃(THF)、二甲基亚砜(DMSO)和甲醇提取试样中的着色剂,HLB 固相萃取柱净化或直接浓缩后定容,过 0.22 μm 滤膜后,用液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 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。

4.1 四氢呋喃(THF):液相色谱级。

4.2 二甲基亚砜(DMSO):液相色谱级。

4.3 甲醇:液相色谱级。

4.4 乙腈:液相色谱级。

4.5 甲酸:液相色谱级。

4.6 乙酸铵。

4.7 0.02 mol/L 乙酸铵溶液(pH=4.60):称取 0.77 g 乙酸铵(4.6),用水溶解并定容至 500 mL,用甲酸(4.5)调节 pH 值至 4.60。

4.8 甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵溶液(1+3,体积比):取 100 mL 甲醇(4.3),与 300 mL 0.02 mol/L 乙酸铵溶液(4.7)混匀。

4.9 0.05%甲酸溶液:准确移取 0.5 mL 甲酸(4.5),用水溶解并定容至 1 000 mL。

- 4.10 乙腈-0.05%甲酸溶液(4+1,体积比):取 80 mL 乙腈(4.4),与 20 mL 0.05%甲酸溶液(4.9)混匀。
- 4.11 着色剂标准品:颜料红 57(纯度大于或等于 99.0%)、颜料红 53:1(纯度大于或等于 90.0%)、颜料橙 5(纯度大于或等于 97.0%)、苏丹红 I(纯度大于或等于 90.0%)、苏丹红 II(纯度大于或等于 87.0%)、苏丹红 IV(纯度大于或等于 94.0%)、罗丹明 B(纯度大于或等于 95.0%)、结晶紫(纯度大于或等于 92.5%)、酸性黄 36(纯度大于或等于 99.0%)、分散黄 3(纯度大于或等于 30.0%)、酸性紫 49(纯度大于或等于 90.5%)、溶剂蓝 35(纯度大于或等于 99.0%)。标准物质详细信息见表 A.1。
- 4.12 着色剂标准储备溶液:准确称取适量着色剂标准品(折合成目标化合物),颜料红 57、颜料红 53:1 用 DMSO 溶解并配制成浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;颜料橙 5 用 THF 溶解并配制成 200 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 IV 用 THF 溶解并配制成 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;罗丹明 B、结晶紫、酸性黄 36、酸性紫 49 用甲醇溶解并配制成 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;分散黄 3 和溶剂蓝 35 用甲醇溶解并配制成 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液,−18 $^{\circ}\text{C}$ 以下避光保存。
- 4.13 混合标准中间溶液:根据需要,用甲醇(较高浓度可加入少量四氢呋喃)将标准储备液(4.12)稀释成适当浓度的标准中间溶液,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。
- 4.14 基质混合标准工作溶液:根据需要,将混合标准中间溶液(4.13)用空白样品溶液稀释至适当浓度的标准工作溶液,现配现用,供液相色谱-质谱/质谱测定时使用。
- 4.15 N-乙炔吡咯烷酮-二乙烯基苯共聚硅质填料固相萃取柱(60 mg,3 mL)¹⁾,或相当者。使用前依次用 3 mL 乙腈和 3 mL 水预处理,保持柱体湿润。
- 4.16 0.22 μm 亲水性聚四氟乙烯滤膜。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱-串联质谱仪,配有电喷雾离子源(ESI)。
- 5.2 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.001 g。
- 5.3 涡旋混匀器。
- 5.4 超声波清洗器:工作频率不低于 30 kHz。
- 5.5 离心机:转速不低于 8 500 r/min。
- 5.6 旋转蒸发仪。
- 5.7 pH 计。
- 5.8 固相萃取装置。
- 5.9 氮吹仪。

6 测定步骤

6.1 提取

称取 0.5 g 试样(精确至 0.001 g),置于 10 mL 比色管中,加入 2 mL 四氢呋喃(4.1),涡旋混匀 2 min,加入 1 mL 二甲基亚砜(4.2),涡旋混匀后超声提取 15 min,再加入 7 mL 甲醇,混匀后超声提取 15 min,冷却至室温,用甲醇定容至 10 mL,并将全部溶液转移至 50 mL 离心管中,以 8 500 r/min 离心 10 min,取上清液待净化。

1) Oasis[®] HLB 固相萃取柱(60 mg,3 mL)是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对这一产品的认可。

6.2 净化

油状样品:准确移取 400 μL 的提取液(6.1)至平底烧瓶中,40 $^{\circ}\text{C}$ 以下浓缩干,准确加入 1 mL 乙腈-0.05%甲酸溶液(4.10),涡旋使其充分溶解,过 0.22 μm 滤膜(4.16)后供液相色谱-串联质谱测定。

粉状和膏状样品:取 400 μL 的提取液(6.1),加入 3 mL 甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵溶液(4.8),转移至固相萃取柱(4.15)。控制流速小于 2 mL/min,依次用 3 mL 甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵溶液(4.8)、3 mL 水淋洗,弃去全部淋出液。减压抽干后用 8 mL 乙腈洗脱,收集洗脱液,40 $^{\circ}\text{C}$ 以下氮气吹干,准确加入 1 mL 乙腈-0.05%甲酸溶液(4.10),涡旋使其充分溶解,过 0.22 μm 滤膜(4.16)后供液相色谱-串联质谱测定。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件

6.3.1.1 色谱柱: C_{18} 柱,50 mm $\times$ 2.1 mm(内径),粒度 1.7 μm ,或相当的色谱柱。

6.3.1.2 流动相:梯度洗脱条件见表 1。

6.3.1.3 流速:0.3 mL/min。

6.3.1.4 进样量:5 μL 。

6.3.1.5 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

表 1 梯度洗脱条件

时间 min	乙腈 %	0.05%甲酸 %
0.00	25	75
1.00	50	50
2.00	60	40
3.00	95	5
4.90	95	5
5.00	25	75
6.00	25	75

6.3.2 质谱条件

6.3.2.1 离子源:电喷雾离子源。

6.3.2.2 扫描方式:多反应监测(MRM)。

6.3.2.3 其他质谱条件参见附录 B。

6.3.3 定性测定

按照液相色谱-质谱/质谱条件测定样品和标准工作溶液,样品的质量色谱峰保留时间与标准品中对应的保留时间一致;且样品中各组份定性离子的相对丰度与接近浓度的标准工作溶液中相应的定性离子的相对丰度进行比较,偏差不超过表 2 规定的范围,则可判定样品中存在对应的被测物。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 %	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差 %	±20	±25	±30	±50

6.3.4 定量测定

在仪器最佳工作条件下,对基质混合标准工作溶液进样测定,以待测物的浓度为横坐标,以待测物的峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线,用标准工作曲线按外标法对待测样品进行定量,样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下,待测着色剂的参考保留时间参见表 C.1,待测着色剂的多反应监测(MRM)色谱图参见图 C.1。

6.4 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中待测着色剂的含量,计算结果须扣除空白值。

$$X_i = \frac{c_i \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i —— 试样中待测着色剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i —— 基质混合标准工作液中待测着色剂的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

8 测定低限、回收率

8.1 测定低限

本方法对化妆品中罗丹明 B、结晶紫、溶剂蓝 35 的测定低限为 0.025 mg/kg,对化妆品中酸性黄 36、分散黄 3、颜料橙 5、苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 IV 的测定低限为 0.5 mg/kg,对化妆品中颜料红 53、颜料红 57、酸性紫 49 的测定低限为 2.0 mg/kg。

8.2 回收率

在眼影、唇膏和指甲油样品中添加待测着色剂的浓度为 0.025 mg/kg~20 mg/kg 时,液相色谱-串联质谱法测定的回收率范围见表 3。

表 3 液相色谱-串联质谱法测定眼影、唇膏和指甲油样品中待测着色剂的回收率范围

待测物	添加浓度 mg/kg	回收率范围 %		
		眼影	唇膏	指甲油
酸性黄 36	0.5	84.8~101.7	84.9~103.7	82.8~102.0
	1	87.1~105.5	96.2~105.9	93.8~102.5
	5	87.5~104.6	93.4~106.0	89.1~103.1
分散黄 3	0.5	85.0~104.6	87.2~104.1	82.4~102.2
	1	90.8~106.8	91.6~104.1	85.9~103.0
	5	88.4~104.7	88.9~101.8	87.0~100.5
颜料红 57	2	90.5~106.3	82.6~98.8	87.2~101.7
	4	84.2~104.0	91.1~104.9	84.4~97.1
	20	95.2~106.9	96.0~105.0	86.7~99.6
颜料红 53	2	88.2~106.6	83.0~101.6	82.4~99.8
	4	85.3~99.8	91.5~105.0	85.7~103.7
	20	99.7~106.8	89.8~104.6	87.7~103.3
颜料橙 5	0.5	86.0~103.6	89.4~102.2	83.3~102.6
	1	93.6~107.0	86.3~104.6	85.2~103.5
	5	99.1~107.0	92.5~105.0	88.6~103.9
苏丹红 I	0.5	89.9~105.7	82.6~102.6	82.0~103.9
	1	95.5~105.8	90.8~103.8	87.4~105.0
	5	94.6~107.0	87.0~100.6	87.1~102.8
苏丹红 II	0.5	89.2~104.9	89.5~101.5	82.5~104.8
	1	88.6~103.8	85.4~97.0	83.1~104.9
	5	92.3~105.7	91.9~100.9	85.2~97.4
苏丹红 IV	0.5	83.9~105.7	82.5~102.2	86.1~99.2
	1	86.7~106.7	84.6~101.8	90.2~105.0
	5	90.2~106.8	89.6~101.0	85.2~97.2
罗丹明 B	0.025	85.3~99.2	84.0~94.4	83.0~103.7
	0.05	84.6~103.5	84.0~98.2	91.3~104.7
	0.25	86.5~104.7	85.5~94.1	87.4~103.9
结晶紫	0.025	84.7~106.8	84.6~98.8	82.1~104.6
	0.05	85.1~106.6	85.3~101.9	83.6~102.3
	0.25	95.2~105.8	85.0~98.3	90.1~104.2
酸性紫 49	2	88.2~105.8	87.9~102.1	82.6~104.2
	4	92.5~106.7	88.5~102.4	85.3~105.0
	20	94.5~106.4	91.9~102.7	94.4~104.2

表 3 (续)

待测物	添加浓度 mg/kg	回收率范围 %		
		眼影	唇膏	指甲油
溶剂蓝 35	0.025	83.5~102.3	82.1~101.6	89.5~104.1
	0.05	84.4~104.8	87.1~98.4	89.2~104.9
	0.25	87.1~104.9	97.1~103.0	95.5~105.0

第二法 高效液相色谱法

9 方法提要

用四氢呋喃(THF)、二甲基亚砜(DMSO)和甲醇提取试样中的着色剂,高速离心净化,过 0.22 μm 滤膜后,用高效液相色谱仪测定,外标法定量。

10 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。

10.1 四氢呋喃(THF):液相色谱级。

10.2 二甲基亚砜(DMSO):液相色谱级。

10.3 甲醇:液相色谱级。

10.4 乙腈:液相色谱级。

10.5 乙酸铵:液相色谱级。

10.6 甲酸:液相色谱级。

10.7 0.05%甲酸溶液:移取 0.5 mL 甲酸(10.6),用水稀释并定容至 1 000 mL。

10.8 着色剂标准品:颜料红 57(纯度大于或等于 99.0%)、颜料红 53:1(纯度大于或等于 90.0%)、颜料橙 5(纯度大于或等于 97.0%)、苏丹红 I(纯度大于或等于 90.0%)、苏丹红 II(纯度大于或等于 87.0%)、苏丹红 IV(纯度大于或等于 94.0%)、罗丹明 B(纯度大于或等于 95.0%)、酸性黄 36(纯度大于或等于 99.0%)、分散黄 3(纯度大于或等于 30.0%)、酸性紫 49(纯度大于或等于 90.5%)、溶剂蓝 35(纯度大于或等于 99.0%)。标准物质详细信息见表 A.1。

10.9 着色剂标准储备溶液:准确称取适量着色剂标准品(折合成目标化合物),颜料红 57、颜料红 53:1 用 DMSO(10.2)溶解并配制成浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;颜料橙 5 用 THF(10.1)溶解并配制成 200 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;苏丹红 II、苏丹红 IV 用 THF 溶解并配制成 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;罗丹明 B、酸性黄 36、酸性紫 49 用甲醇溶解并配制成 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液;分散黄 3 和溶剂蓝 35 用甲醇溶解并配制成 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液,−18 $^{\circ}\text{C}$ 以下避光保存。

10.10 混合标准工作溶液:根据需要,用甲醇(较高浓度可加入少量四氢呋喃)将标准储备液(10.9)稀释成适当浓度的标准工作溶液,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。

10.11 0.22 μm 亲水性聚四氟乙烯滤膜。

11 仪器和设备

- 11.1 高效液相色谱仪,配有二极管阵列检测器。
- 11.2 分析天平:感量 0.000 1g 和 0.001 g。
- 11.3 涡旋混匀器。
- 11.4 超声波清洗器,工作频率不低于 30 kHz。
- 11.5 离心机:转速不低于 8 500 r/min。

12 测定步骤

12.1 提取

称取 0.5 g 试样(精确至 0.001 g),置于 10 mL 比色管中。加入 2.0 mL 四氢呋喃(10.1),涡旋混匀 2 min,加入 1.0 mL 二甲基亚砜(10.2),涡旋混匀后超声提取 15 min,再加入 7.0 mL 甲醇,混匀后超声提取 15 min,冷却至室温,用甲醇定容至 10.0 mL,并将全部溶液转移至 50.0 mL 离心管中,以 8 500 r/min离心 10 min。取上清液过 0.22 μm 滤膜(10.11)后供高效液相色谱分析。

12.2 测定

12.2.1 色谱条件

- 12.2.1.1 色谱柱: C₁₈ 柱,150 mm×4.6 mm(内径),粒度 3.5 μm,或相当的色谱柱。
- 12.2.1.2 流动相:梯度洗脱条件见表 4。

表 4 梯度洗脱条件

时间 min	乙腈 %	0.05%甲酸溶液 %
0.0	40	60
7.0	40	60
15.0	100	0
22.0	100	0
23.0	40	60
28.0	40	60

- 12.2.1.3 流速:1.0 mL/min。
- 12.2.1.4 检测波长:酸性黄 36 和分散黄 3 为 417 nm;颜料红 53、颜料橙 5、苏丹红 I、苏丹红 II 为 485 nm;颜料红 57 和苏丹红 IV 为 485 nm;罗丹明 B 为 550 nm;酸性紫 49 和溶剂蓝 35 为 590 nm。
- 12.2.1.5 进样量:10 μL。
- 12.2.1.6 柱温:室温。

12.2.2 色谱测定

在仪器最佳工作条件下,对混合标准工作溶液进样测定,以待测物的浓度为横坐标,以待测物的峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线,用标准工作曲线按外标法对待测样品进行定量,样品溶液中待测物的

响应值均应在仪器测定的线性范围内。如样品检出含有上述着色剂,可用液相色谱-串联质谱法进行确证。在上述色谱条件下,待测着色剂的参考保留时间参见表 C.1,待测物的液相色谱图参见图 C.2。

12.3 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

13 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(2)计算试样中待测着色剂含量,计算结果须扣除空白值。

$$X_i = \frac{c_i \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_i ——试样中待测着色剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——基质混合标准工作液中待测着色剂的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

14 测定低限、回收率

14.1 测定低限

本方法对化妆品中颜料橙 5、酸性黄 36、颜料红 53、酸性紫 49、罗丹明 B、溶剂蓝 35、苏丹红 II、苏丹红 IV、分散黄 3 和颜料红 57 的测定低限均为 20 mg/kg。

14.2 回收率

在眼影、唇膏和指甲油样品中添加待测着色剂的浓度为 20 mg/kg、40 mg/kg、80 mg/kg 时,高效液相色谱法测定的回收率范围见表 5。

表 5 高效液相色谱法测定眼影、唇膏和指甲油样品中待测着色剂的回收率范围

待测物	添加浓度 mg/kg	回收率范围 %		
		眼影	唇膏	指甲油
酸性黄 36	20	81.4~95.1	84.8~103.8	85.1~98.0
	40	84.3~102.2	89.4~103.4	83.2~99.1
	80	92.2~104.1	90.6~103.1	89.9~104.1
分散黄 3	20	85.0~102.9	83.5~100.5	81.4~95.9
	40	90.1~104.6	88.9~103.4	82.6~91.4
	80	81.1~97.2	81.8~102.8	88.7~102.3
颜料红 57	20	81.6~101.3	81.1~98.6	87.2~107.0
	40	82.2~102.1	84.7~103.4	81.4~95.4
	80	82.9~98.5	88.7~103.3	82.3~95.2

表 5 (续)

待测物	添加浓度 mg/kg	回收率范围 %		
		眼影	唇膏	指甲油
颜料红 53	20	86.6~105.6	84.2~106.9	86.4~106.6
	40	87.6~103.6	86.1~106.2	83.7~98.3
	80	82.4~100.3	83.3~103.6	92.2~107.2
颜料橙 5	20	87.5~102.9	87.5~104.5	84.0~95.9
	40	81.0~91.3	89.1~103.6	88.2~99.2
	80	84.8~96.5	83.0~101.5	84.4~93.9
苏丹红 I	20	87.7~99.9	81.6~95.3	85.2~103.8
	40	91.2~101.9	83.2~99.2	89.6~103.0
	80	88.0~104.2	87.0~103.2	92.1~97.6
苏丹红 II	20	83.6~99.7	84.7~101.6	88.9~105.1
	40	87.5~103.1	90.6~100.8	92.0~100.5
	80	92.1~106.6	86.5~104.5	93.8~105.9
苏丹红 IV	20	87.7~105.6	89.8~103.5	92.3~105.3
	40	81.8~96.9	92.3~104.7	89.9~103.1
	80	94.5~108.2	86.3~94.9	94.5~102.9
罗丹明 B	20	85.6~102.3	86.4~105.9	85.0~103.0
	40	83.3~104.6	85.1~100.4	83.0~100.5
	80	89.8~104.0	87.0~102.9	88.2~102.9
酸性紫 49	20	81.5~97.6	83.4~102.4	87.1~105.2
	40	82.5~94.9	90.3~103.8	84.9~104.9
	80	90.1~101.1	90.1~106.5	86.2~97.0
溶剂蓝 35	20	88.8~103.5	83.3~100.7	88.9~101.3
	40	93.3~109.1	82.4~97.2	92.3~100.3
	80	94.7~102.6	89.1~102.9	95.2~104.1

附 录 A
(规范性附录)
标准物质信息

表 A.1 标准物质 CAS 号、染料索引号、分子式及相对分子质量

化合物名称	CAS 号	染料索引(C.I.)号	分子式	相对分子质量
颜料橙 5	3468-63-1	12075	$C_{16}H_{10}N_4O_5$	338.27
酸性黄 36	587-98-4	13065	$C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$	375.38
颜料红 53 : 1	5160-02-1	15585:1	$C_{34}H_{24}BaCl_2N_4O_8S_2$	888.94
酸性紫 49	1694-09-3	42640	$C_{39}H_{40}N_3NaO_6S_2$	733.87
罗丹明 B	81-88-9	45170	$C_{28}H_{31}ClN_2O_3$	479.01
溶剂蓝 35	17354-14-2	61554	$C_{22}H_{26}N_2O_2$	350.45
苏丹红 II	3118-97-6	12140	$C_{18}H_{16}N_2O$	276.33
苏丹红 IV	85-83-6	26105	$C_{24}H_{20}N_4O$	380.44
分散黄 3	2832-40-8	11855	$C_{15}H_{15}N_3O_2$	269.30
颜料红 57	5858-81-1	15850	$C_{18}H_{12}N_2Na_2O_6S$	430.34
结晶紫	548-62-9	42555	$C_{25}H_{30}ClN_3$	407.98
苏丹红 I	842-07-9	12055	$C_{16}H_{12}N_2O$	248.28

附 录 B
(资料性附录)
参考质谱条件²⁾

参考质谱条件如下:

- a) 毛细管电压:3.2 kV;
- b) 离子源温度:140 °C;
- c) 脱溶剂气温度:380 °C;
- d) 脱溶剂气流量:800 L/h;
- e) 锥孔气流量:50 L/h;
- f) 扫描极性、母离子、子离子、锥孔电压、碰撞能量见表 B.1。

表 B.1 多反应监测质谱参数

待测物	扫描极性	母离子 <i>m/z</i>	子离子 <i>m/z</i>	锥孔电压 V	碰撞能量 V
酸性紫 49(AV49)	+	712.3	340.1 ^a	60	70
			525.7	60	51
颜料红 57(PR57)	+	387.1	105.9	28	27
			369.3 ^a	28	15
酸性黄 36(AY36)	+	354.2	156.8 ^a	45	21
			168.8	45	26
罗丹明 B(Rhod B)	+	443.5	355.2	70	56
			399.3 ^a	70	41
结晶紫(BV3)	+	372.4	340.5	65	52
			356.4 ^a	65	38
分散黄 3(DY3)	+	270.3	106.7	25	26
			149.9 ^a	25	16
颜料橙 5(P05)	+	339.2	127.9	30	28
			155.9 ^a	30	18
苏丹红 I (SUD I)	+	249.3	92.8	25	22
			156.0 ^a	25	15
苏丹红 II (SUD II)	+	277.2	120.9 ^a	25	20
			155.9	25	15
溶剂蓝 35(SB35)	+	351.4	251.2 ^a	35	28
			294.2	35	18
苏丹红 IV (SUD IV)	+	381.3	105.9	30	36
			224.9 ^a	30	21
颜料红 53(PR53)	—	375.4	139.9	35	33
			203.9 ^a	35	22
注：对于不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。					
^a 定量离子。					

2) 非商业性声明:质谱参数是在 Quattro Premier XE 质谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

附录 C
(资料性附录)
标准物质色谱图及保留时间

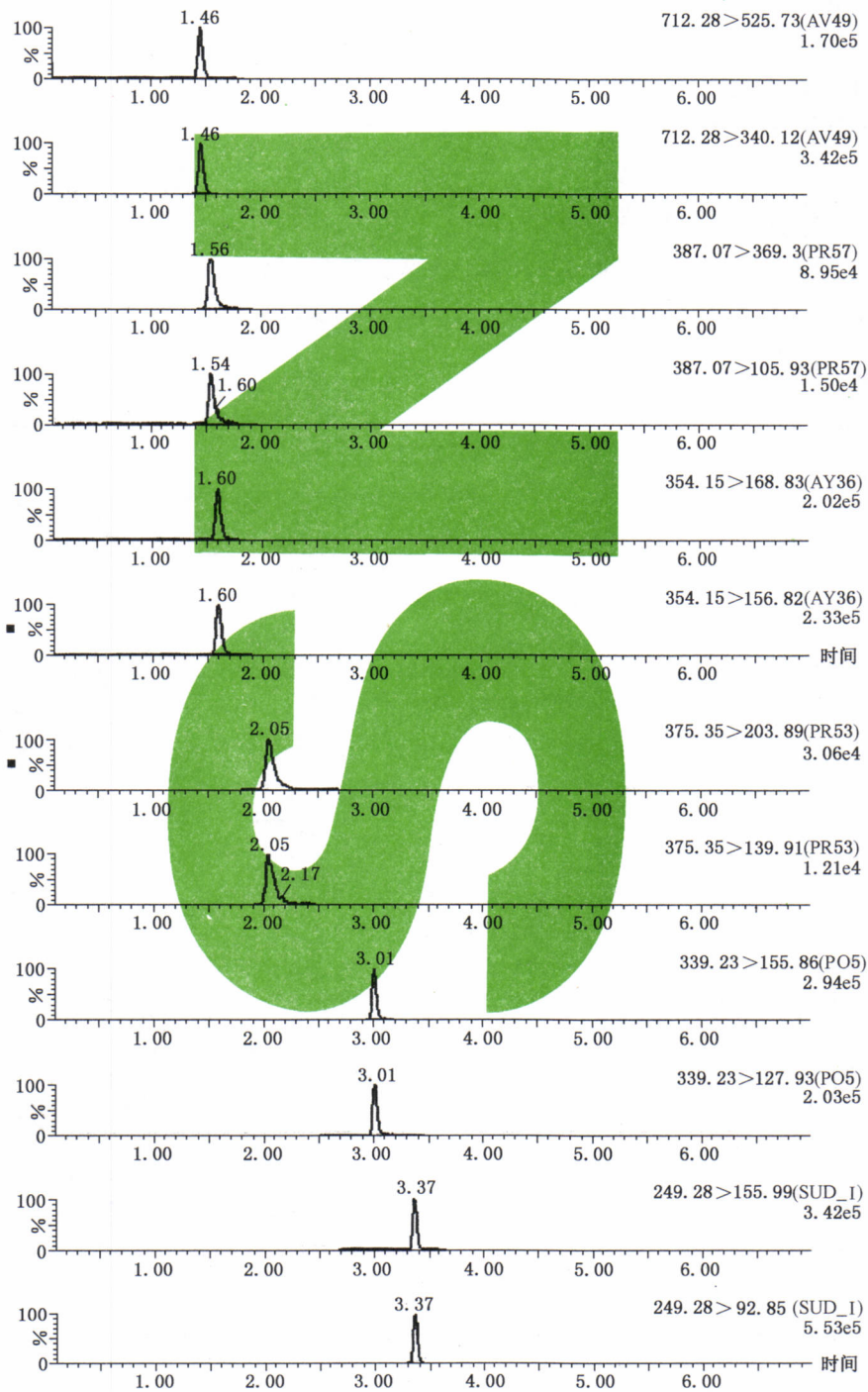


图 C.1 标准物质多反应监测(MRM)色谱图

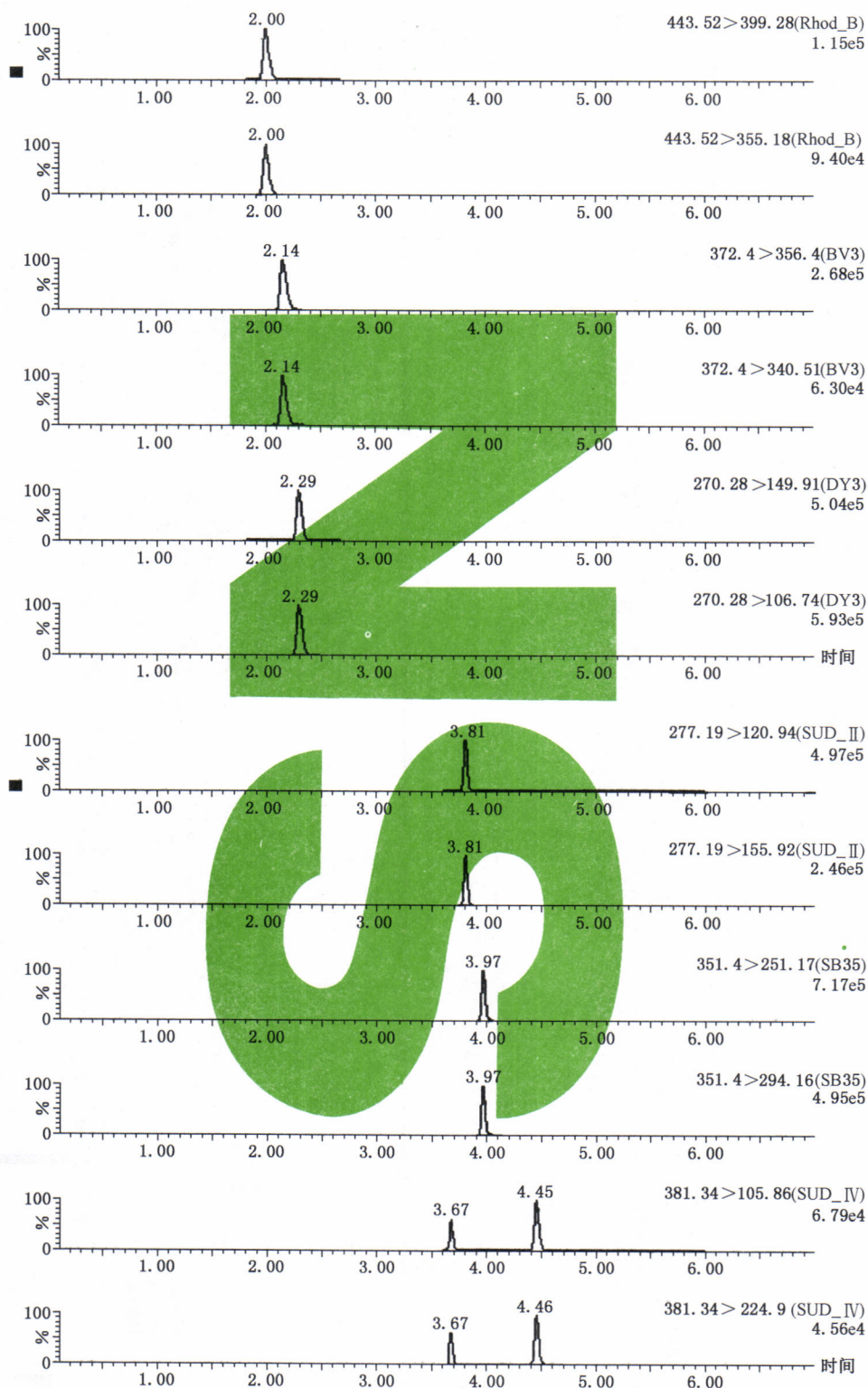
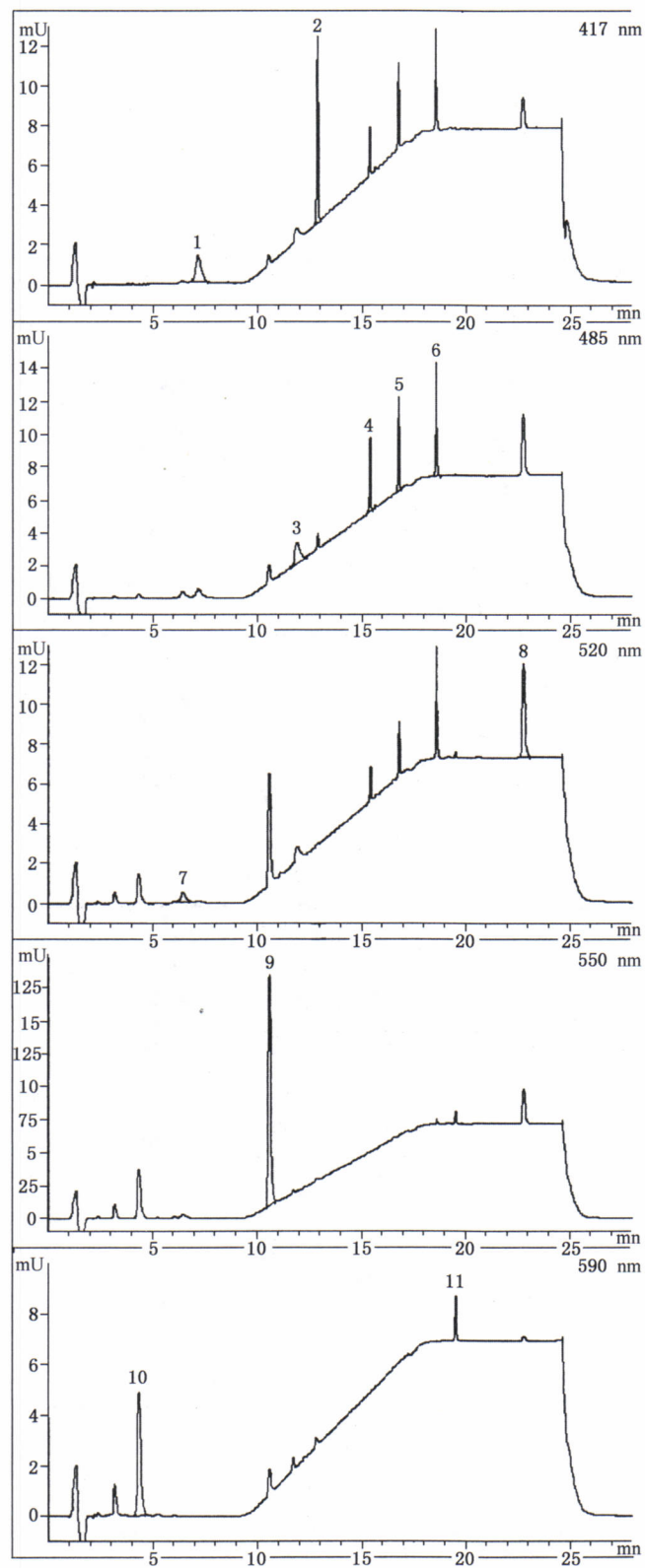


图 C.1 (续)



说明:

1—酸性黄 36; 2—分散黄 3; 3—颜料红 53; 4—颜料橙 5; 5—苏丹红 I; 6—苏丹红 II; 7—颜料红 57; 8—苏丹红 IV; 9—罗丹明 B; 10—酸性紫 49; 11—溶剂蓝 35。

图 C.2 标准物质液相色谱图

表 C.1 待测着色剂的保留时间

化合物名称	液相色谱-串联质谱法保留时间 min	高效液相色谱法保留时间 min
酸性紫 49(AV49)	1.46	4.30
颜料红 57(PR57)	1.56	6.41
酸性黄 36(AY36)	1.60	7.18
罗丹明 B(Rhod B)	2.00	10.55
结晶紫(BV3)	2.14	—
分散黄 3(DY3)	2.29	12.90
颜料橙 5(PO5)	3.01	15.42
苏丹红 I (SUD I)	3.37	16.78
苏丹红 II (SUD II)	3.81	18.59
溶剂蓝 35(SB35)	3.97	19.50
苏丹红 IV (SUD IV)	4.45	22.77
颜料红 53(PR53)	2.05	11.91

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口化妆品中多种禁限用着色剂的测定
高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法
SN/T 4575—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字
2017年11月第一版 2017年11月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32230 定价 21.00 元



SN/T 4575—2016