



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—202X

化妆品中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因 的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of amikacin butanilicaine and pramocaine in cosmetics —Liquid
chromatography-tandem mass spectrometry

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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：天津海关动植物与食品检测中心。

本标准主要起草人：陈旭艳、马兴、章骅、赵孔祥、常春艳、李淑静。

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。

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

化妆品中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因的测定

液相色谱-串联质谱法

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

本标准规定了化妆品中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因 3 种卡因类物质的液相色谱—串联质谱测定法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算、回收率与精密度、允许差等内容。

本标准适用于液态水剂类、液态油剂类、霜膏类、乳液类、固态粉类化妆品中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因 3 种卡因类物质的定量测定。

本标准方法的检出限和定量限：阿米卡因检出限为 1 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 3 $\mu\text{g/kg}$ ；布坦卡因检出限为 6 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 20 $\mu\text{g/kg}$ ；普莫卡因检出限为 0.3 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 1 $\mu\text{g/kg}$ 。

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

液态水剂类、霜膏类、乳液类、固态粉类化妆品用甲醇超声提取，液态油剂类化妆品用四氢呋喃分散后加甲醇超声提取，提取液经离心过滤后，用高效液相色谱-质谱/质谱法测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 甲醇：色谱纯。

5.3 乙腈：色谱纯。

5.4 四氢呋喃：色谱纯。

5.5 甲酸：色谱纯。

5.6 0.1 % 甲酸水溶液：准确量取 1 mL 甲酸（4.4）至 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

5.7 标准物质：纯度不小于 96 %。 阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因的中英文名称、化学名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A 中的表 A.1。

5.8 阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准储备溶液（1 mg/mL）：分别准确称取阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准物质（4.6）（精确至 0.1 mg）用甲醇溶解并定容至 10 mL，于 4 °C 避光保存，保存期为 3 个月。

5.9 滤膜：孔径为 0.22 μm 的有机过滤膜。

6 仪器设备

6.1 液相色谱—三重四极杆质谱联用仪（LC-MS/MS）：配电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量 0.0001 g 和 0.00001 g。

6.3 离心机：最大转速不低于 8000 r/min。

6.4 超声波清洗仪。

6.5 涡旋振荡器。

7 试样制备和试验步骤

7.1 试样制备

7.1.1 取样

取样前应将试样充分混匀。液态水剂类、油剂类试样将试样摇匀后取样；乳液类和膏霜类试样将试样挤出、混匀后取样；固态散粉类试样搅拌混匀后取样，固态饼状试样碾碎后搅拌混匀取样。

7.1.2 液态水剂类、霜膏类、乳液类、固态粉类化妆品试样处理

称取试样约 1 g（精确到 0.01 g）于 15 mL 带刻度离心管中，加甲醇 8 mL，涡旋振荡器 1 min 使基质均匀分散，用甲醇定容至 10 mL，在超声波水浴内超声提取 20 min，混匀，于 5000 r/min 下离心 5 min，上清液经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液供液相色谱—串联质谱仪测定。

7.1.3 液态油剂类化妆品试样处理

称取试样约 1 g（精确到 0.01 g）于 15 mL 带刻度离心管中，加四氢呋喃 3 mL，涡旋振荡器 1 min 使基质均匀分散，用甲醇定容至 10 mL，在超声波水浴内超声 20 min，混匀，于 5000 r/min 下离心 5 min，上清液经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液供液相色谱—串联质谱仪测定。

7.2 测定条件

7.2.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：C₁₈，100 mm×2.1 mm(内径)，1.9 μm（粒径）或相当者；

- b) 流动相：A:乙腈（4.2）,B:0.1 %甲酸水溶液（4.5）,梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 1；
- c) 柱温：30 ℃；
- d) 流速：0.3 mL/min；
- e) 进样量：10 μL。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.0	10	90
0.1	10	90
2	80	20
5	80	20
6	10	90
7	10	90

7.2.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
- b) 扫描方式：正离子扫描；
- c) 电喷雾电压：5500 V；
- d) 离子源温度：650 ℃；
- e) 气帘气：40 psi；
- f) 喷雾气：55 psi；
- g) 辅助加热气：60 psi；
- h) 检测方式：多反应监测（MRM）模式，阿米卡因、布坦卡因和普莫卡因的质谱参数见表 2。

表 2 阿米卡因、布坦卡因和普莫卡因的质谱参数

化合物	母离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	定量离子 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
阿米卡因	236.1	114.1	114.1	60	17
		85.0		60	40
布坦卡因	255.0	86.1	86.1	80	17
		57.0		80	46
普莫卡因	294.1	100.0	100.0	90	35
		128.1		90	28

7.2.3 定性测定

每种被测组分选择一个母离子，2 个子离子，在相同试验条件下，试样中待测物质的保留时间与

标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内；且试样中各组分定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较，若偏差不超过表 3 规定的范围，可判定为试样中含有对应的待测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

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

7.2.4 基质加标标准工作曲线绘制

分别准确吸取阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准储备溶液（5.8）0.30 mL、2.00 mL、0.10 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容，配制阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因混合标准储备溶液，溶液中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因浓度分别为 30 µg/mL、200 µg/mL、10 µg/mL。

分别准确吸取上述阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因混合标准储备溶液 0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容，配制阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因混合标准系列工作溶液，溶液中阿米卡因浓度分别为 0.03 µg/mL、0.06 µg/mL、0.15 µg/mL、0.30 µg/mL、0.60 µg/mL 和 1.50 µg/mL；布坦卡因浓度分别为 0.20 µg/mL、0.40 µg/mL、1.00 µg/mL、2.00 µg/mL、4.00 µg/mL 和 10.00 µg/mL；普莫卡因浓度分别为 0.01 µg/mL、0.02 µg/mL、0.05 µg/mL、0.10 µg/mL、0.20 µg/mL 和 0.50 µg/mL。

分别称取 6 份空白样品 1 g（精确到 0.01 g）于 6 只 15 mL 带刻度离心管中，分别准确加入上述阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因混合标准系列工作溶液 0.10 mL，其余操作同 7.1，配制基质加标标准系列工作溶液。溶液中阿米卡因浓度分别为 0.3 ng/mL、0.6 ng/mL、1.5 ng/mL、3.0 ng/mL、6.0 ng/mL 和 15.0 ng/mL；布坦卡因浓度分别为 2.0 ng/mL、4.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL 和 100.0 ng/mL；普莫卡因浓度分别为 0.1 ng/mL、0.2 ng/mL、0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL 和 5.0 ng/mL。按 7.2 测定条件对基质标准系列工作溶液进行测定，以定量离子的峰面积为纵坐标，以溶液浓度为横坐标作图，绘制基质标准工作曲线。阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准溶液的 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图参见附录 B 中的图 B.1。

7.2.5 定量测定

本方法采用外标基质标准工作曲线法定量测定。以不同浓度的基质标准工作溶液浓度为横坐标，对应的定量离子峰面积为纵坐标，做标准曲线线性回归方程。按 6.2 测定条件对试样溶液进行测定，根据峰面积对应标准曲线上的溶液浓度定量。待测物的响应值均应在线性范围内。

7.3 结果计算

试样中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因含量由色谱数据处理软件或按式（1）计算获得

$$w = \frac{c \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w ——试样中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因的含量，单位为微克每克($\mu\text{g/kg}$)；

c ——进样液中阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因的浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

V ——样品定容体积，单位为毫升(mL)；

f ——稀释倍数；

m ——样品取样量，单位为克(g)。

7.4 空白试验

除不加入试样外，均按 7.1~7.2 进行测定。

8 回收率

阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因方法添加回收率范围参见附录 C 中表 C.1。

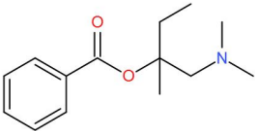
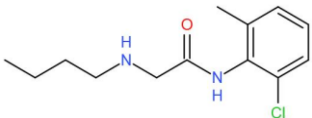
9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)
阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准物质信息

阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因的中英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量和结构式参见表A. 1。

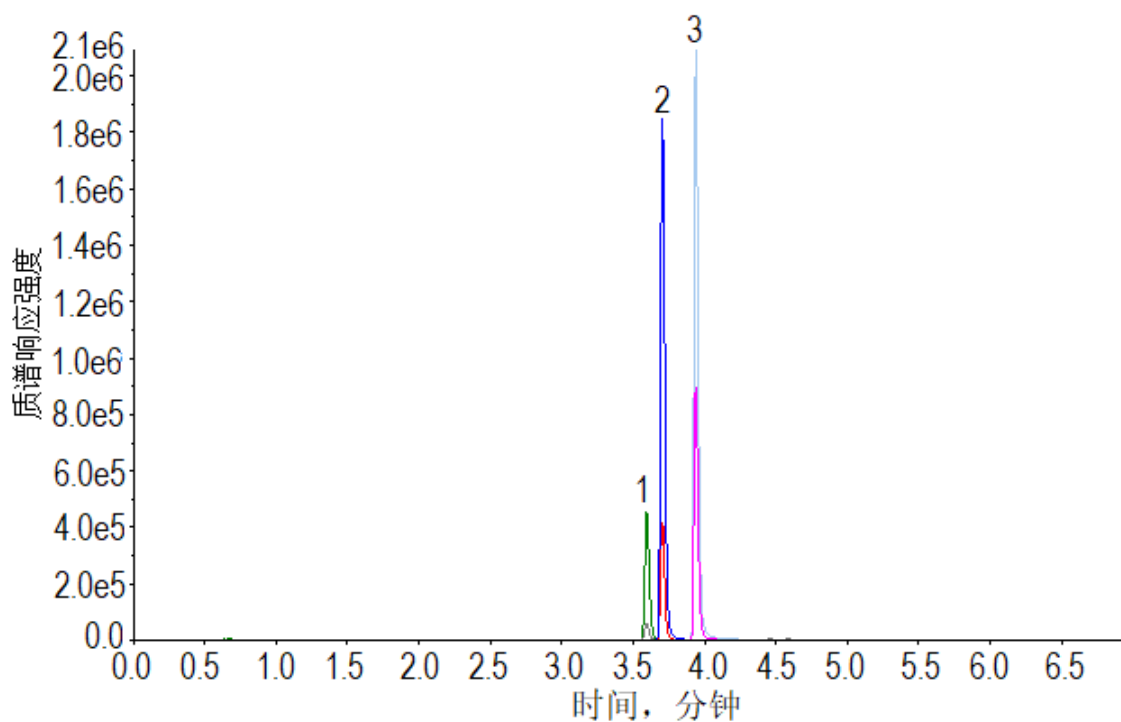
表A. 1. 阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因的中英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量和结构式

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	结构式
阿米卡因	amylocaine	644-26-8	C ₁₄ H ₂₁ NO ₂	235. 32	
布坦卡因	butanilicaine	3785-21-5	C ₁₃ H ₁₉ ClN ₂ O	254. 76	
普莫卡因	pramocaine	140-65-8	C ₁₇ H ₂₇ NO ₃	293. 40	

附录 B
(资料性附录)

阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准溶液LC-MS/MS多反应监测质量色谱图

阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准溶液LC-MS/MS多反应监测质量色谱图参见图B.1。



注：1—布坦卡因；2—阿米卡因；3—普莫卡因。

图 B.1 阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因标准溶液 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱

附录 C
(资料性附录)
方法添加回收率范围

阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因在不同添加浓度的添加回收率范围参见表C. 1。

表C. 1. 阿米卡因、布坦卡因、普莫卡因在不同添加浓度的添加回收率范围

化合物名称	添加浓度, μg/kg	回收率范围, %
阿米卡因	3. 0-30. 0	81. 00-119. 17
布坦卡因	20. 0-200. 0	80. 00-119. 50
普莫卡因	1. 0-10. 0	80. 50-119. 50