

LC-MS/MS快速检测化妆品中五种荧光增白剂

Determination of 5 kinds of fluorescent whitening agents in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

Keywords: SCIEX Triple Quad; fluorescent whitening agents; FWAs; Cosmetics

荧光增白剂 (fluorescent whitening agents, FWAs) 是一种荧光染料, 能吸收电磁波谱中紫外线和可见光谱中紫色 (通常波长为 340-370 纳米) 的光, 重新发射可见光谱中蓝色 (通常波长为 420-470 纳米) 的光, 从而使原本呈现黄色或橙色的物体外观颜色变得更亮和更白。部分生产厂家为了使其美白产品达到立竿见影的效果, 在化妆品中添加未经安全验证的荧光增白剂生产化妆品的行为时有发生报道, 这也引起了消费者的恐慌和监管部门的关注。

为了加强对化妆品中非法添加荧光增白剂的监管, 2023年8月, 国家药监局发布第41号公告, 公告中规定了化妆品中联苯乙烯二苯基二磺酸二钠等5种原料的检验方法, 根据此公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了适用于面膜、化妆水、护肤乳、护肤霜类型化妆品中5种荧光增白剂的检测方法, 方法具有良好灵敏度及重现性, 可用于化妆品中荧光增白剂非法添加的检测:

该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 12分钟即可完成化妆品5种荧光增白剂原料的检测。
2. 灵敏度高: 方法具有良好的检出下限, 充分满足国家相关标准要求。
3. 拿来即用: 检测质谱条件遵循相关法规, 可快速帮助客户在SCIEX仪器上完成相关项目分析, 无需进行方法偏离等验证工作。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

样品处理参考国家药监局2023年第41号公告, 《化妆品中联苯乙烯二苯基二磺酸二钠等5种原料的检验方法》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.8 μm , 2.1 mm \times 100 mm

流动相: A: 10 mmol/L乙酸铵溶液

B: 乙腈

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.4000	10
3.50	0.4000	95
9.50	0.4000	95
9.60	0.4000	10
12.00	0.4000	10

流速：0.4 mL/min；

柱温：40°C；

质谱方法：

扫描方式：MRM正负模式同时采集

离子源：ESI

离子源参数：

IS电压：5500 V / -4500V

气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GAS1: 50 psi

辅助加热器 GAS2: 55 psi

源温度 TEM: 550°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

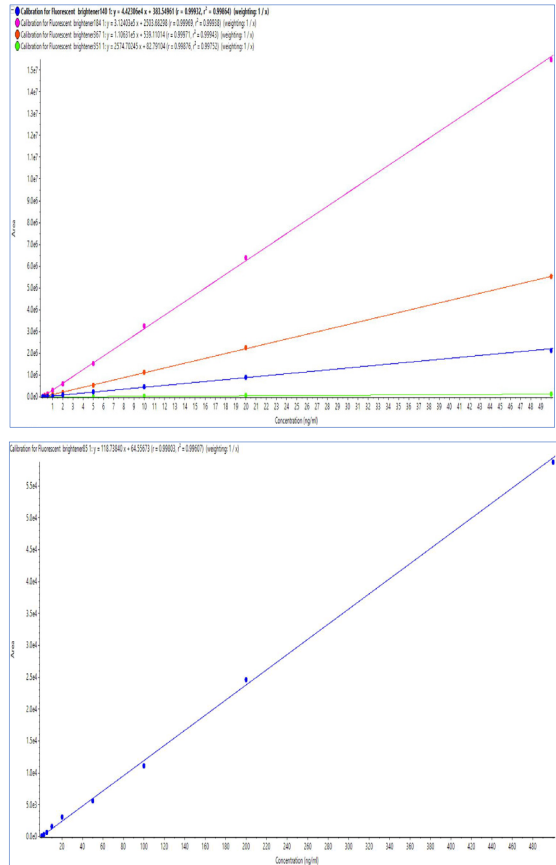


图2. 5种荧光增白剂的校准曲线

实验结果

化合物提取离子流色谱图（见图1）

1. 线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配置标准测试液进行测试，其中联苯乙烯二苯基二磺酸二钠、二乙氨基甲基香豆素、双（叔丁基苯并噁唑基）噻吩、二苯并噁唑基萘在0.01~50 ng/mL具有良好的线性，回归系数 $r > 0.998$ ，4,4'-双[(4-苯胺基-6-羟乙氨基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]二苯乙烯-2,2'-二磺酸二钠盐在0.1~500 ng/mL范围内线性良好，方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

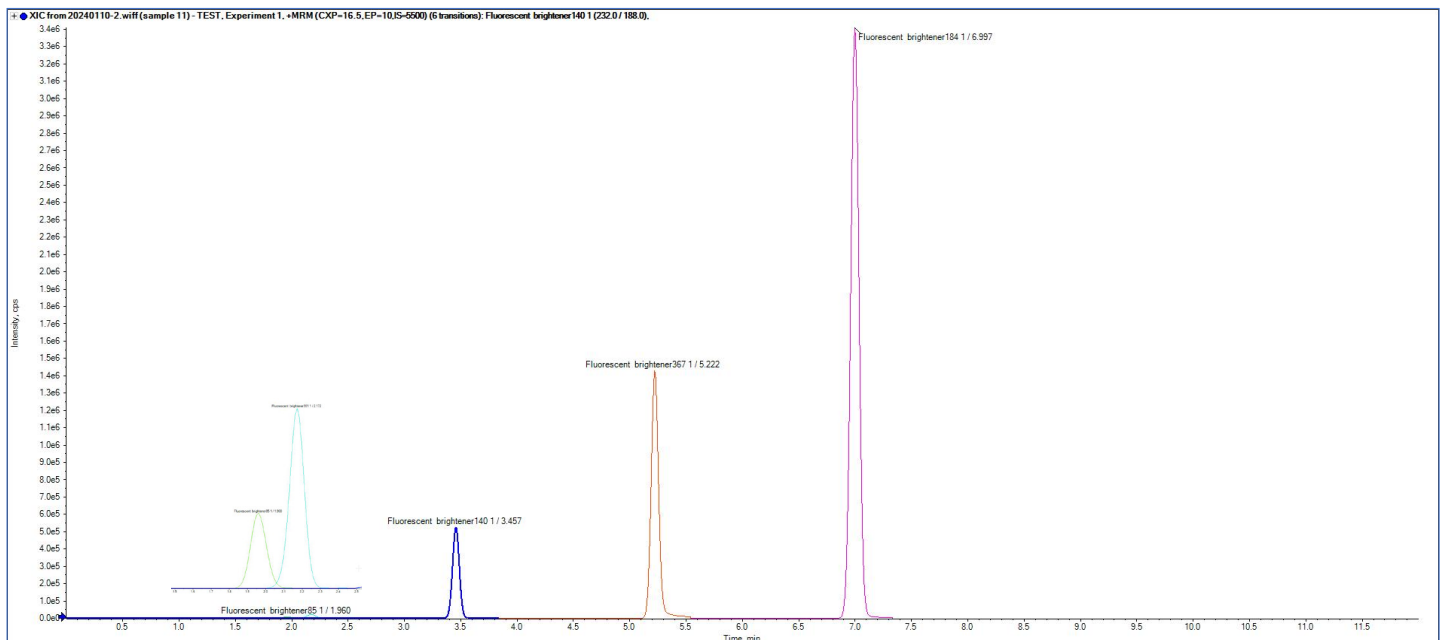


图1. 5种荧光增白剂的提取离子流色谱图

2. 灵敏度考察，使用化妆品空白基质考察灵敏度，本方法灵敏度可充分满足国家药监局第41号公告《化妆品中联苯乙烯二苯基二磺酸二钠等5种原料的检验方法》的监测需求。

法快速简便，灵敏度结果显示其检出限值低于相关标准规定，可满足化妆品中荧光增白剂非法添加的检测需求。

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了面膜、化妆水、护肤乳、护肤霜类型化妆品中5种荧光增白剂的LC-MS/MS方法，方

参考文献

1. 国家药监局关于《化妆品中联苯乙烯二苯基二磺酸二钠等5种原料的检验方法》化妆品补充检验方法的公告

表1. 5种荧光增白剂的检出限值

商品名	化合物	标准要求检出浓度 (µg/g)	本方法可检出浓度(µg/g)
荧光增白剂 85	4,4'-双[(4-苯胺基-6-羟乙基氨基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]二苯乙烯-2,2'-二磺酸二钠盐	1.6	0.04
荧光增白剂 351	联苯乙烯二苯基二磺酸二钠	0.2	0.005
荧光增白剂 140	二乙氨基甲基香豆素	0.2	0.005
荧光增白剂 184	二苯并噁唑基萘	0.12	0.004
荧光增白剂 367	双(叔丁基苯并噁唑基)噻吩	0.12	0.004

附录：

5种荧光增白剂的质谱离子对参数

商品名	化合物	Q1	Q3	DP	CE
荧光增白剂 85	4,4'-双[(4-苯胺基-6-羟乙基氨基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]二苯乙烯-2,2'-二磺酸二钠盐	413.3	311.2	-130	-32
			271.2		-36
荧光增白剂 351	联苯乙烯二苯基二磺酸二钠	258.1	226.1	-115	-27
			79.9		-60
荧光增白剂 140	二乙氨基甲基香豆素	232	188	120	39
			203.1		27
荧光增白剂 184	双(叔丁基苯并噁唑基)噻吩	431.1	415.2	220	59
			401.1		59
荧光增白剂 367	二苯并噁唑基萘	363	270.1	190	49
			244		51

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15985-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390

全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333

官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：SCIEX-China