

# 高效液相色谱法测定化妆品中禁用物质贝美格

赵倩

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

**摘要:** 试样经溶剂超声提取, 离心过滤后, 以高效液相色谱进行测定, 根据保留时间定性, 外标法定量。

**关键词:** 高效液相色谱法;检测方法;贝美格

## 1 检测方法

依据国家标准《GB/T 40898-2021 化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 水: 哇哈哈饮用纯净水。

2.1.2 甲醇: 色谱纯。

2.1.3 氯化钠: 分析纯。

2.1.4 贝美格标准品: CAS 64-65-3, 纯度 98%, 有证书。

### 2.2 仪器设备

2.2.1 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 紫外检测器。

2.2.2 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.60 mm \* 250 mm, 粒径为 5.0  $\mu\text{m}$ 。

2.2.3 分析天平: 精度 0.0001 g。

2.2.4 15 mL 具塞比色管。

2.2.5 50mL 塑料离心管。

2.2.6 高速离心机。

2.2.7 微孔滤膜: 0.45 $\mu\text{m}$ , 有机相。

## 3 溶液配制

### 3.1 标准溶液配制

3.1.1 贝美格标准储备溶液：称取贝美格标准物质（2.1.4）10 mg，精确至 0.1 mg，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀，配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液，于 4 °C 避光保存，有效期三个月。

3.1.2 标准曲线绘制：用甲醇将贝美格标准储备液（3.1.1）逐级稀释成浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L 的系列标准工作溶液，供高效液相色谱测定。

## 3.2 样品溶液配制

### 3.2.1 乳液和膏霜类样品

称取 1 g（精确到 0.001 g）试样置于 15 mL 具塞比色管中，加入甲醇并定容至刻度，再加入 2 g 氯化钠进行破乳，摇匀，超声提取 20 min，将样液转移至塑料离心管中，5000 r/min 离心 15 min，上清液经 0.45 μm 过滤，待测。

### 3.2.2 水制类样品

称取 1 g（精确到 0.001 g）试样置于 15 mL 具塞比色管中，加入甲醇并定容至刻度，摇匀，超声提取 20 min，将样液转移至塑料离心管中，5000 r/min 离心 15 min，上清液经 0.45 μm 过滤，待测。

## 4 色谱条件

a) 色谱柱：Sunniest C18，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm。

b) 流速：1.0 mL/min。

c) 检测波长：210 nm。

d) 柱温：30°C。

e) 进样量：10 μL。

f) 流动相：甲醇：水=50：50

## 5 分析结果

### 5.1 试剂空白

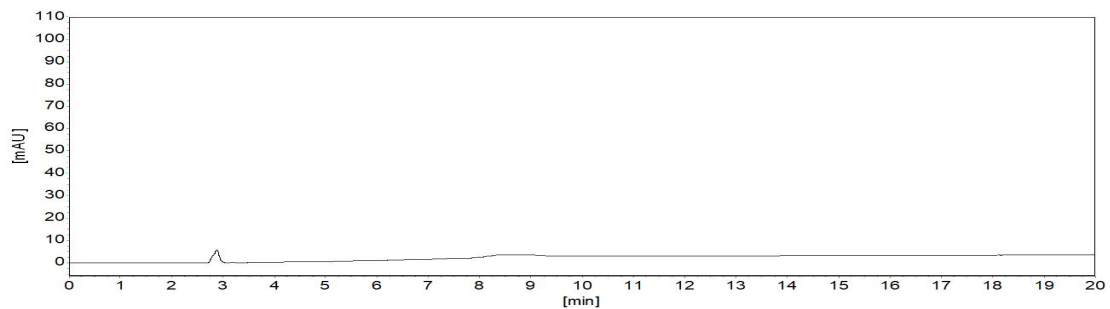


图 1 贝美格试剂空白谱图

## 5.2 贝美格标准溶液典型谱图及结果

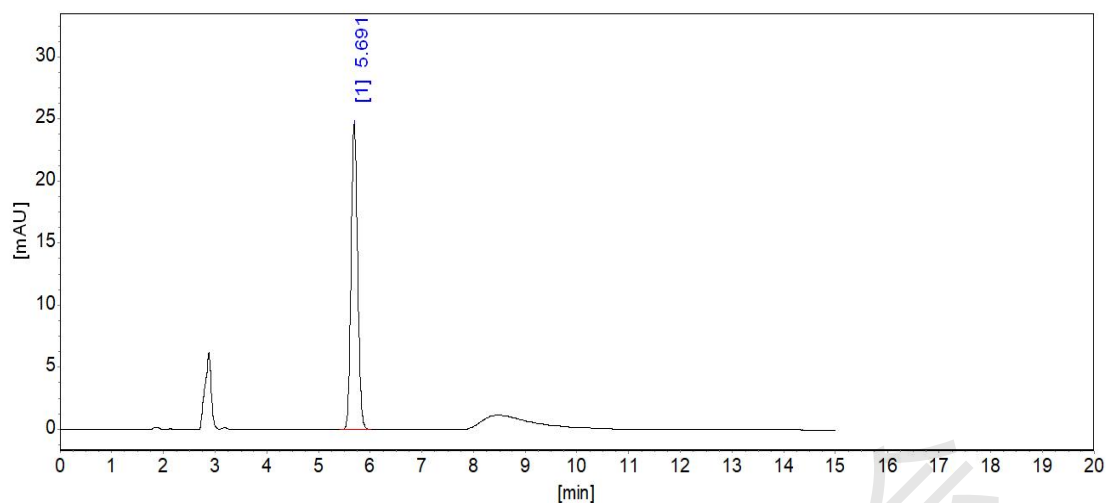


图2 贝美格标准溶液谱图 (5 µg/mL)

### 1、贝美格

分析结果表

| 峰序 | 组分名 | 保留时间[min] | 峰高[uAU] | 峰面积[uAU*s] |
|----|-----|-----------|---------|------------|
| 1  | 贝美格 | 5.691     | 24599.7 | 216288.5   |

系统评价表

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 半峰高宽<br>[uAU] | 理论塔板 | 理论塔板/<br>米 | 拖尾<br>因子 |
|----|-----|---------------|---------------|------|------------|----------|
| 1  | 贝美格 | 5.691         | 0.13626       | 9663 | 38650      | 1.090    |

## 5.3 重复性实验

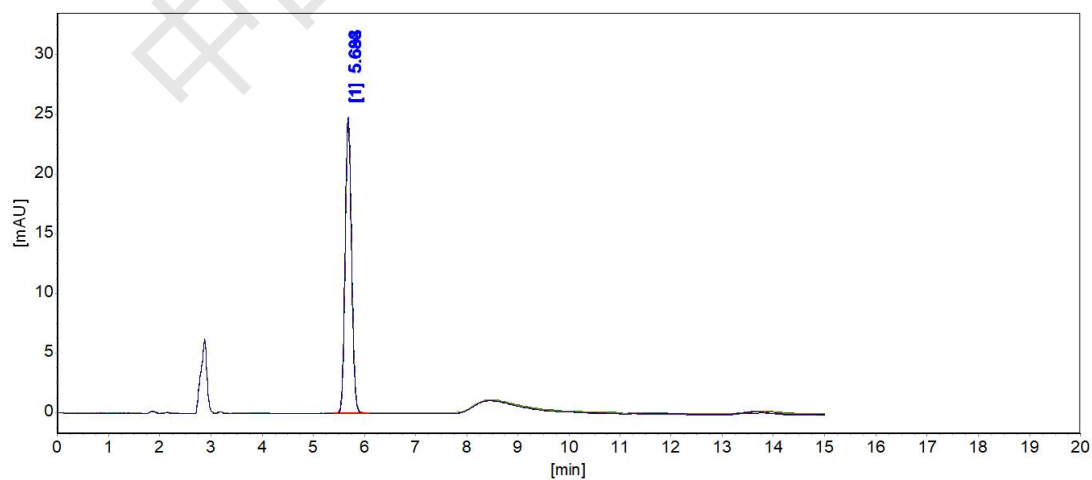


图3 贝美格标准溶液重复性谱图 (5 µg/mL)

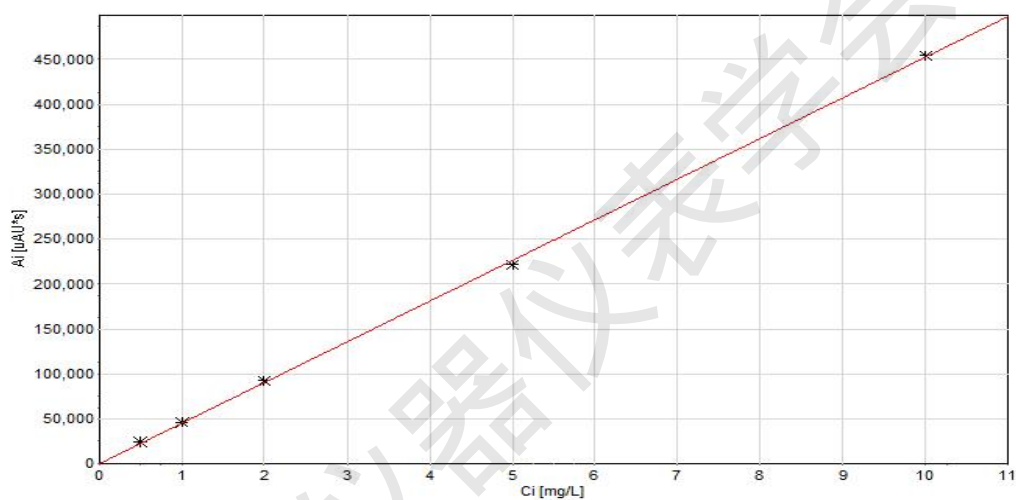
| 峰序 | 组分名 | 保留时间平均值[min] | 保留时间RSD[%] | 面积平均值[uAU*s] | 面积RSD[%] | 峰高平均值[uAU] | 峰高RSD[%] | 谱图数 |
|----|-----|--------------|------------|--------------|----------|------------|----------|-----|
| 1  | 贝美格 | 5.687        | 0.060      | 215553.0     | 0.410    | 24530.8    | 0.273    | 6   |

## 5.4 标准曲线

分别将一系列不同浓度的贝美格标准工作溶液(3.1.2)各 10  $\mu\text{L}$ ，进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标，以含量为横坐标，绘制标准曲线。

### 5.4.1 贝美格标准曲线方程及相关系数

组分[贝美格]: 曲线方程:  $C_i = 2.20854E-005 * A_i$   
 校正因子:  $f_0=0, f_1=2.20854E-005$  相关系数:  $r^2 = 0.99981$



## 5.5 检出限

### 5.5.1 贝美格标准溶液 (0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 七针重复性谱图

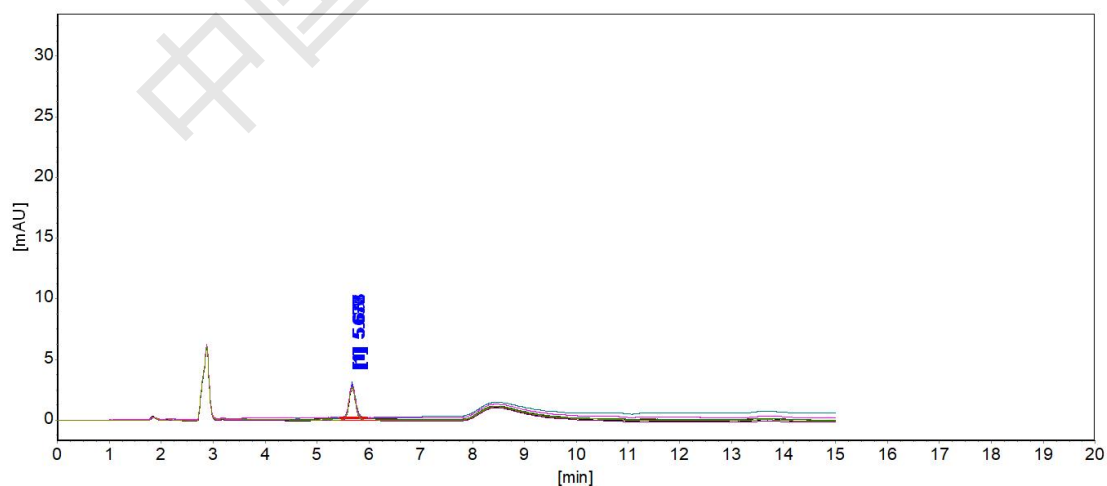


图 4 贝美格标准溶液重复性谱图 (0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

| 组分名 | 平均<br>时间<br>[min] | 时间<br>RSD<br>[%] | 平均<br>面积<br>[uAU*s] | 面积<br>RSD<br>[%] | 平均<br>峰高<br>[uAU] | 峰高<br>RSD<br>[%] | 平均<br>含量<br>[μg/mL] | 含量<br>RSD<br>[%] | 谱<br>图<br>数 |
|-----|-------------------|------------------|---------------------|------------------|-------------------|------------------|---------------------|------------------|-------------|
| 贝美格 | 5.678             | 0.029            | 23765.5             | 0.448            | 2700.5            | 0.220            | 0.4437              | 0.561            | 7           |

### 5.5.2 贝美格检出限结果

以取样 1.0 g 计，本方法的检出限、定量限如下表所示：

| 组分名 | 含量<br>[μg/mL] | 含量<br>[μg/mL] | 含量<br>[μg/mL] | 含量<br>[μg/mL] | 含量<br>[μg/mL] | 含量<br>[μg/mL] | 含量<br>[μg/mL] | 检出限<br>[mg/kg] | 定量限<br>[mg/kg] |
|-----|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|----------------|----------------|
| 贝美格 | 0.4468        | 0.4423        | 0.4468        | 0.4442        | 0.4419        | 0.4402        | 0.4434        | 0.0787         | 0.787          |

## 5.6 乳液类样品中贝美格谱图及回收率结果

### 5.6.1 贝美格试样空白

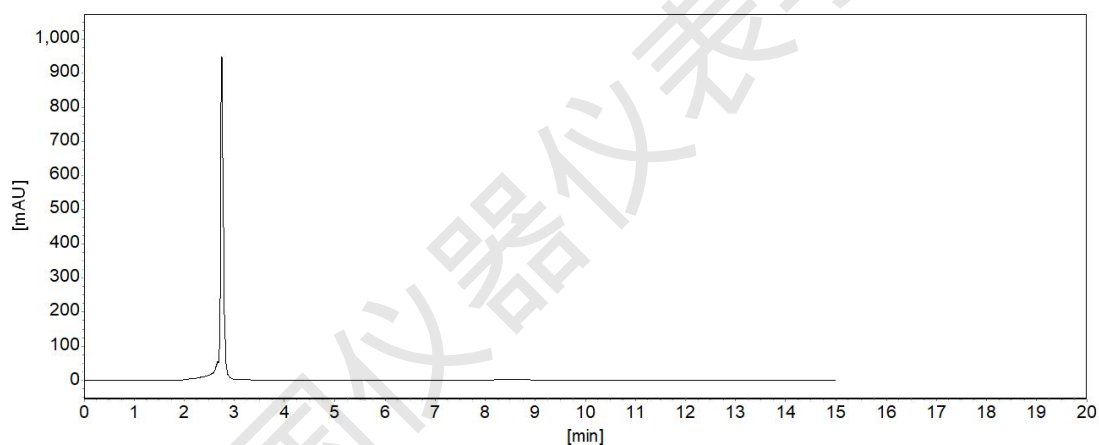


图 5 贝美格试样空白谱图

### 5.6.2 贝美格样品谱图及结果

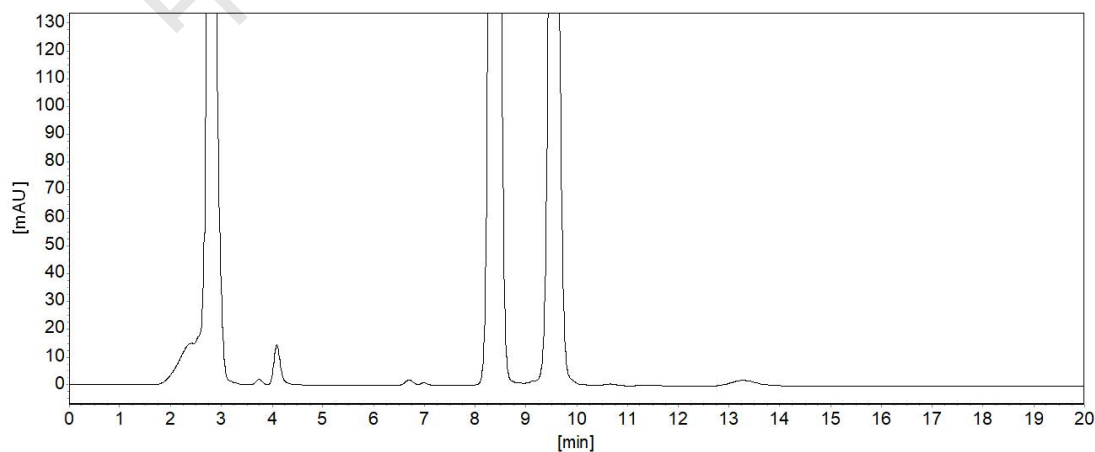


图 6 贝美格样品谱图

### 5.6.3 乳液类样品加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图及回收率结果

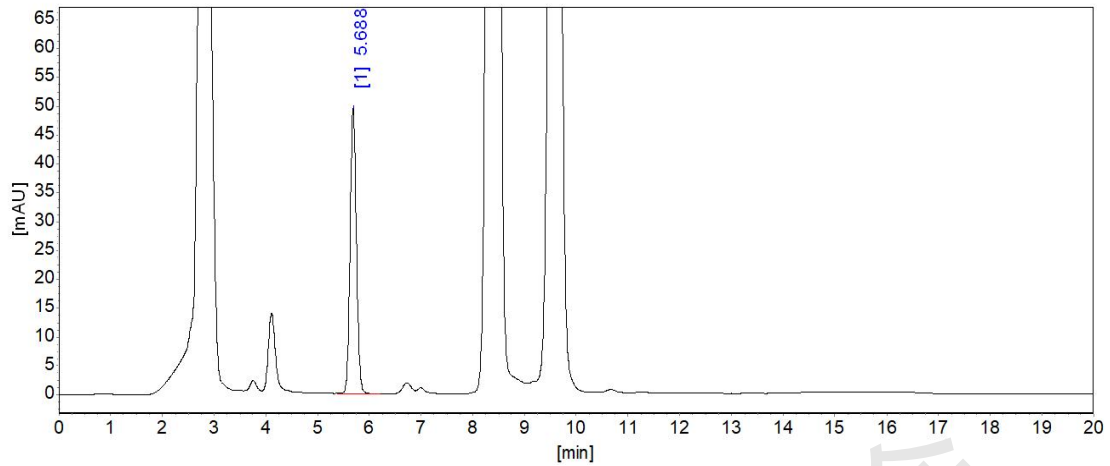


图7 乳液类样品中加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图

分析结果表 1

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.688         | 49327.2     | 415747.4       | 91.8195       |

分析结果表 2

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.687         | 51217.2     | 429404.7       | 94.8357       |

分析结果表 3

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.687         | 51751.7     | 436259.1       | 96.3496       |

| 样品中的<br>贝美格<br>(mg/kg) | 试样空白<br>(mg/kg) | 加标量<br>(mg/kg) | 测定值<br>(mg/kg) | 加标回收<br>(%) | 相对标准<br>偏差<br>(%) | 加标回收率范围<br>(%) |
|------------------------|-----------------|----------------|----------------|-------------|-------------------|----------------|
| 0                      | 0               | 100            | 91.82          | 91.82       |                   |                |
|                        |                 |                | 94.84          | 94.84       | 2.45              | 91.82-96.35    |
|                        |                 |                | 96.35          | 96.35       |                   |                |

注：添加浓度为 100 mg/kg，回收率在 91.82%-96.35%之间，相对标准偏差为 2.45%，符合回收率在 87.6%-105.8%之间的要求。

## 5.7 膏霜类样品中贝美格谱图及回收率结果

### 5.7.1 贝美格试样空白

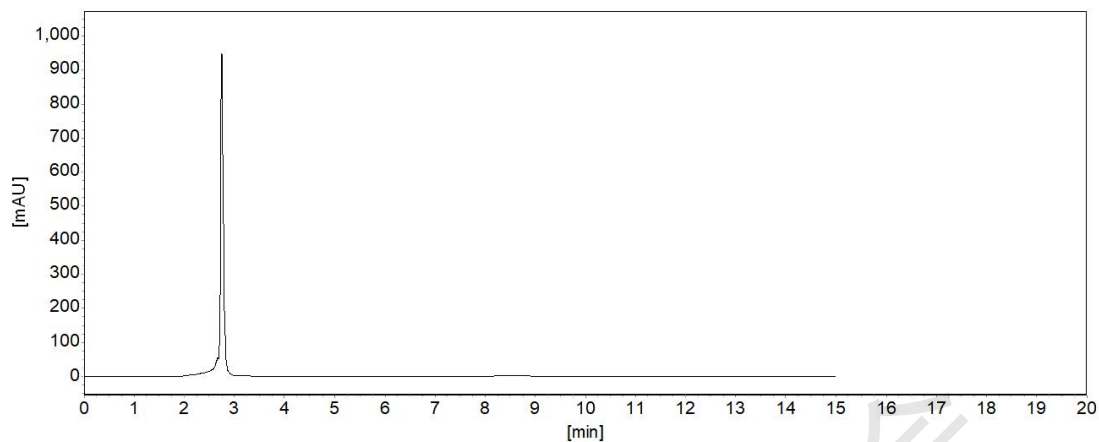


图 8 贝美格试样空白谱图

### 5.7.2 贝美格样品谱图及结果

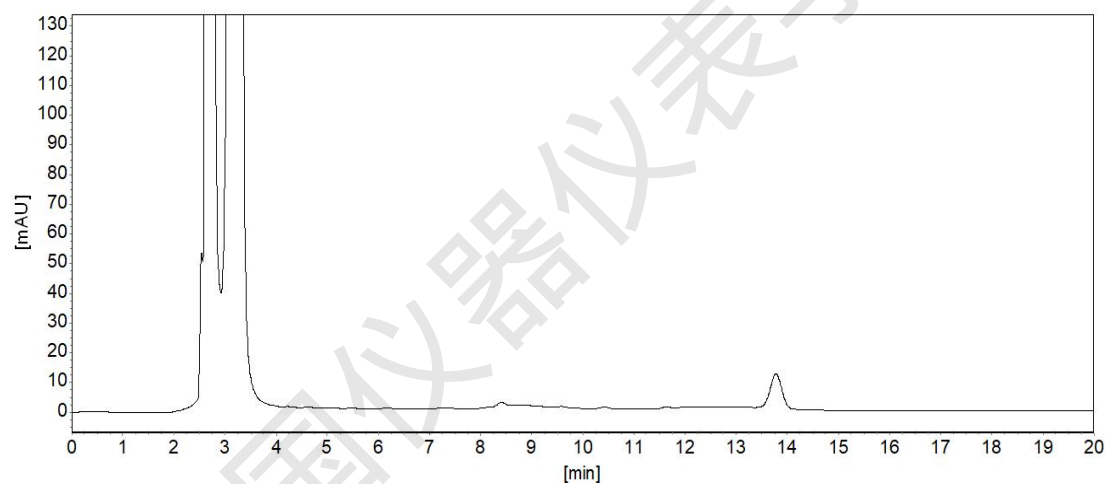


图 9 贝美格样品谱图

### 5.7.3 膏霜类样品加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图及回收率结果

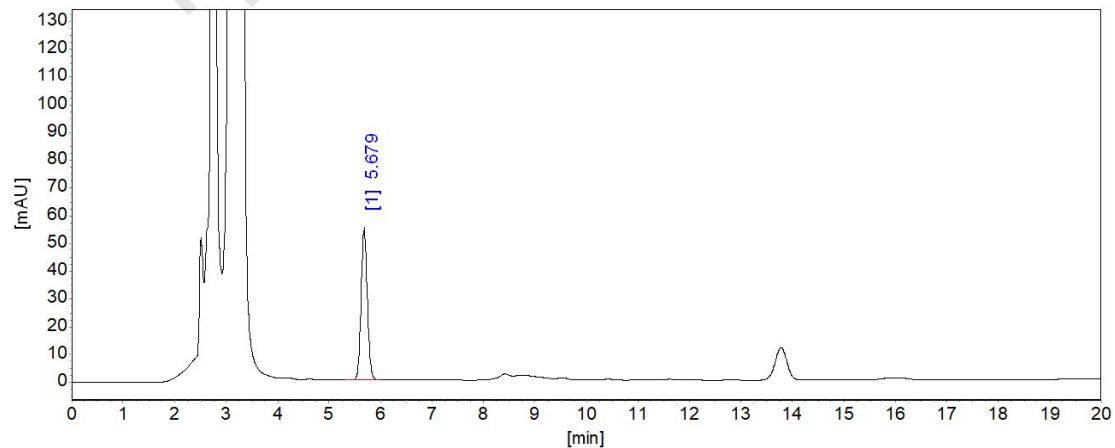


图 10 膏霜类样品中加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图

分析结果表 1

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.679         | 54747.0     | 468421.8       | 103.4528      |

分析结果表 2

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.679         | 53997.9     | 459520.8       | 101.4780      |

分析结果表 3

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.680         | 53212.3     | 452830.5       | 100.0094      |

| 样品中的<br>贝美格<br>(mg/kg) | 试样空白<br>(mg/kg) | 加标量<br>(mg/kg) | 测定值<br>(mg/kg) | 加标回收<br>(%) | 相对标<br>准偏差<br>(%) | 加标回收率范围<br>(%) |
|------------------------|-----------------|----------------|----------------|-------------|-------------------|----------------|
| 0                      | 0               | 100            | 103.45         | 103.45      |                   |                |
|                        |                 |                | 101.48         | 101.48      | 1.70              | 100.01-103.45  |
|                        |                 |                | 100.01         | 100.01      |                   |                |

注：添加浓度为 100 mg/kg，回收率在 100.01%-103.45%之间，相对标准偏差为 1.70%，符合回收率在 87.6%-105.8%之间的要求。

## 5.8 水制类样品中贝美格谱图及回收率结果

### 5.8.1 贝美格试样空白



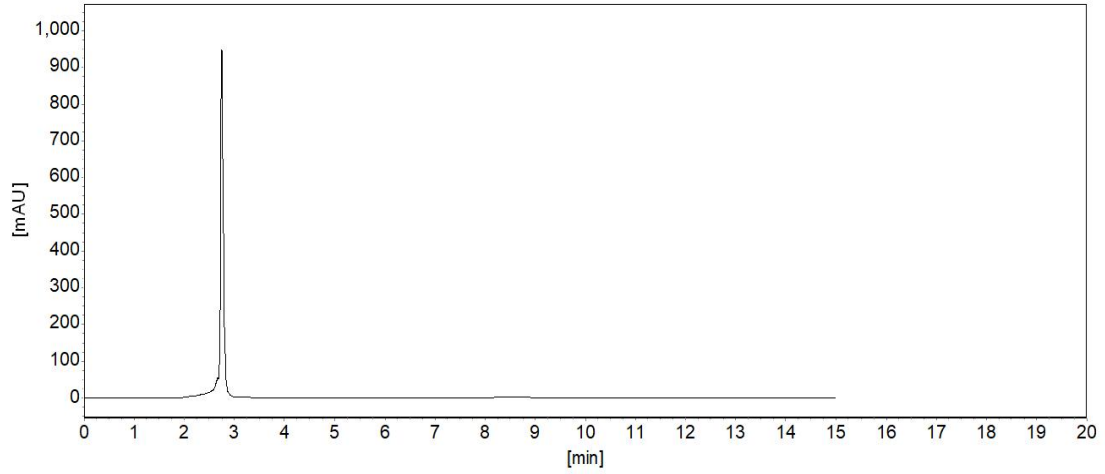


图 11 贝美格试样空白谱图

### 5.8.2 贝美格样品谱图及结果

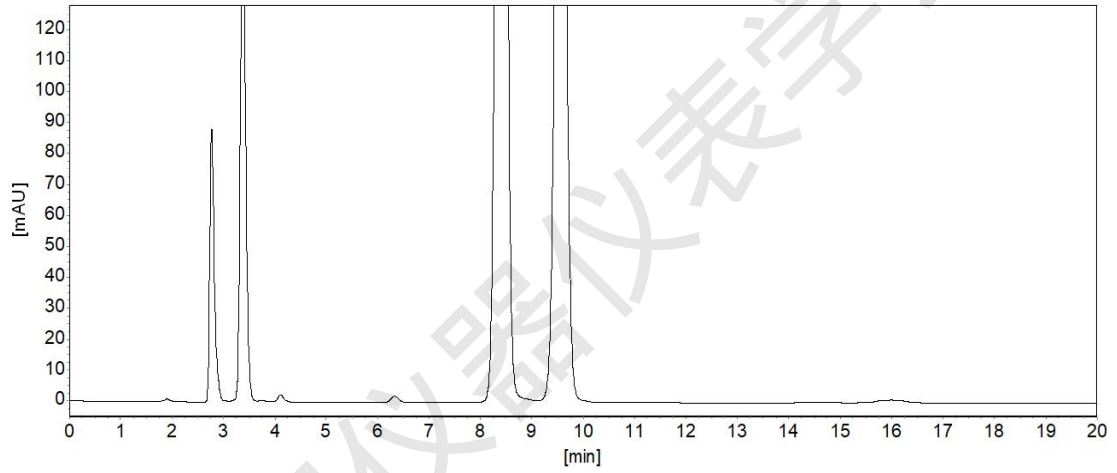


图 12 贝美格样品谱图

### 5.8.3 水制类样品加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图及回收率结果

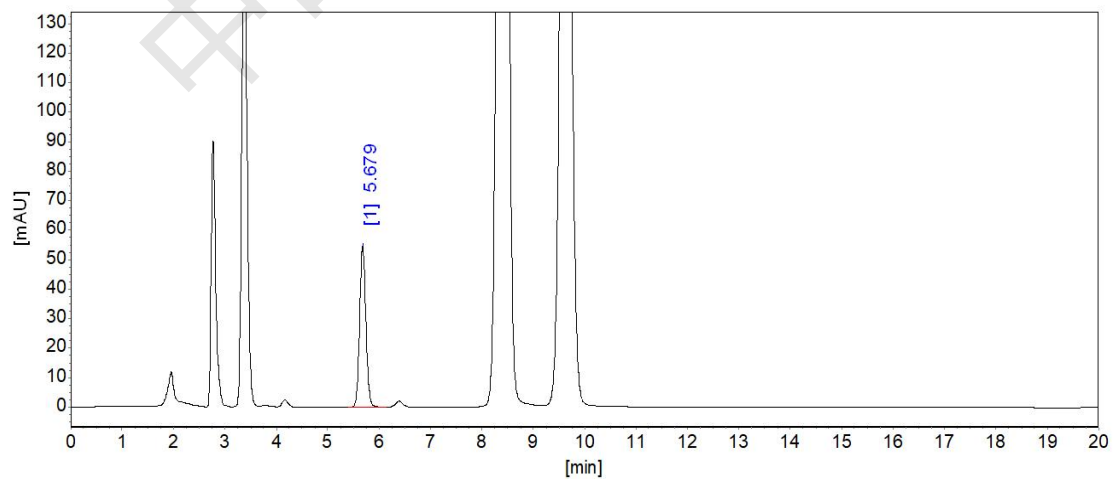


图 13 水制类样品中加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图

分析结果表 1

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.679         | 54464.2     | 460752.8       | 101.7591      |

分析结果表 2

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.679         | 54625.7     | 461624.1       | 101.9515      |

分析结果表 3

| 峰序 | 组分名 | 保留时间<br>[min] | 峰高<br>[uAU] | 峰面积<br>[uAU*s] | 含量<br>[mg/kg] |
|----|-----|---------------|-------------|----------------|---------------|
| 1  | 贝美格 | 5.677         | 52880.2     | 446712.7       | 98.6583       |

| 样品中的<br>贝美格<br>(mg/kg) | 试样空白<br>(mg/kg) | 加标量<br>(mg/kg) | 测定值<br>(mg/kg) | 加标回收<br>(%) | 相对标准<br>偏差<br>(%) | 加标回收率范围<br>(%) |
|------------------------|-----------------|----------------|----------------|-------------|-------------------|----------------|
| 0                      | 0               | 100            | 101.76         | 101.76      |                   |                |
|                        |                 |                | 101.95         | 101.95      | 1.83              | 98.66-101.95   |
|                        |                 |                | 98.66          | 98.66       |                   |                |

注：添加浓度为 100 mg/kg，回收率在 98.66%-101.95%之间，相对标准偏差为 1.83%，符合回收率在 87.6%-105.8%之间的要求。

## 6 实验结果

方法评价

| 组分名 | 保留时间<br>/min | 检出限<br>(mg/kg) | 定量限<br>(mg/kg) | 峰面积<br>RSD% | 线性相关<br>系数 | 加标回收率<br>(%) |
|-----|--------------|----------------|----------------|-------------|------------|--------------|
| 贝美格 | 5.678        | 0.079          | 0.79           | 0.41        | 0.999      | 91.82-103.45 |

由以上实验结果可知，本方法符合 GB/T 40898-2021 《化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法》的要求。