

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 μm 。

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 μm , 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

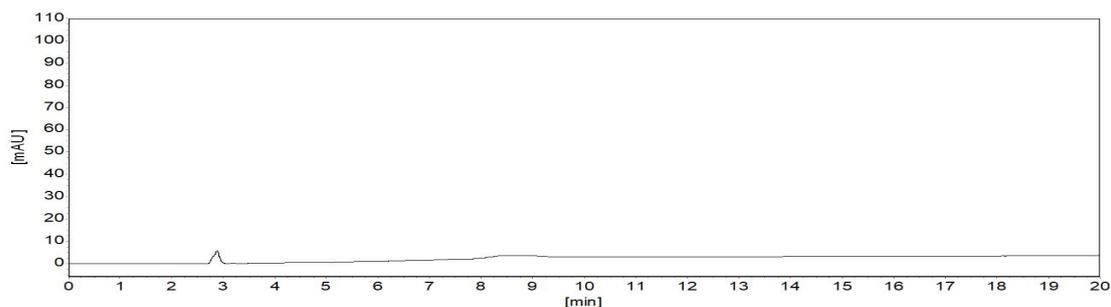


图 1 贝美格试剂空白谱图

5.2 贝美格标准溶液典型谱图及结果

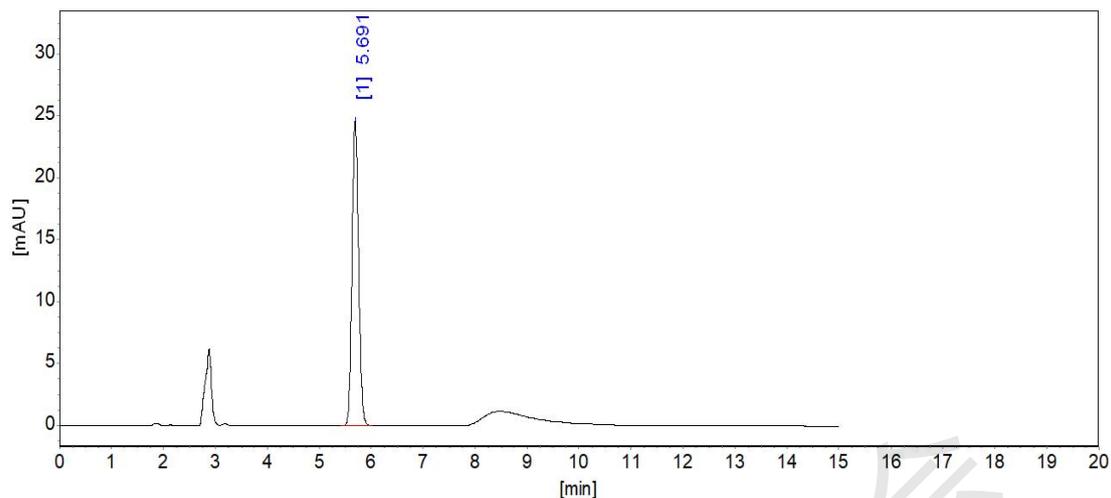


图 2 贝美格标准溶液谱图 (5 µg/mL)

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 [min]	半峰高宽 [uAU]	理论塔板	理论塔板/ 米	拖尾 因子
1	贝美格	5.691	0.13626	9663	38650	1.090

5.3 重复性实验

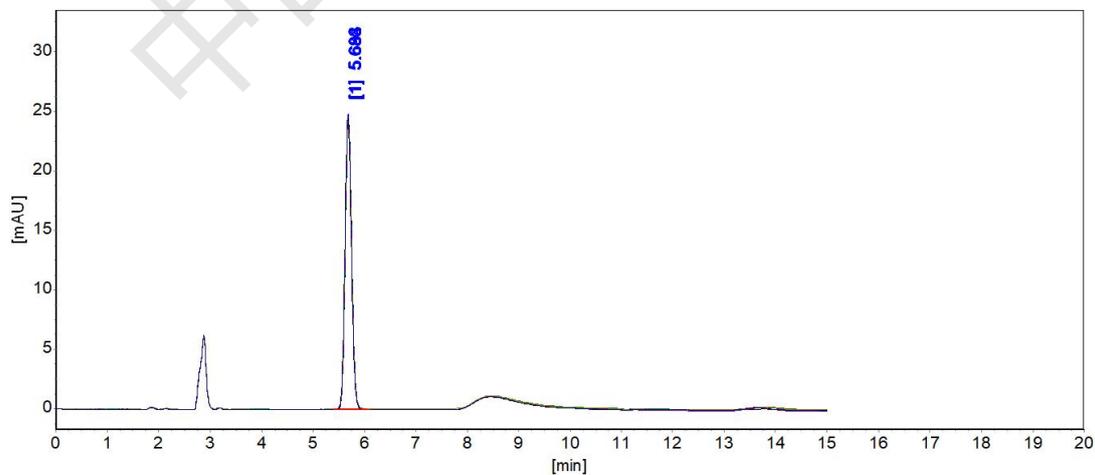


图 3 贝美格标准溶液重复性谱图 (5 µg/mL)

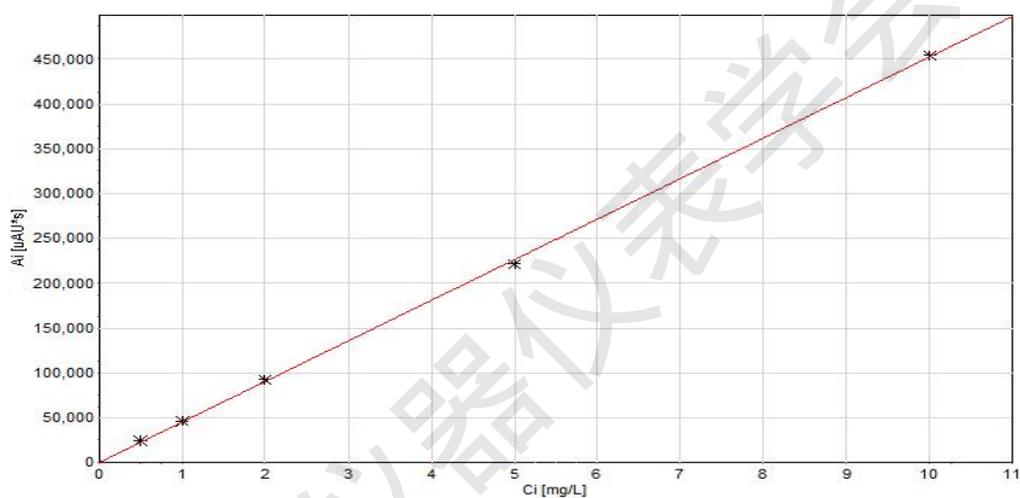
峰序	组分名	保留时间平均值[min]	保留时间RSD[%]	面积平均值[uAU*s]	面积RSD[%]	峰高平均值[uAU]	峰高RSD[%]	谱图数
1	贝美格	5.687	0.060	215553.0	0.410	24530.8	0.273	6

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 μL ，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 $\mu\text{g/mL}$) 七针重复性谱图

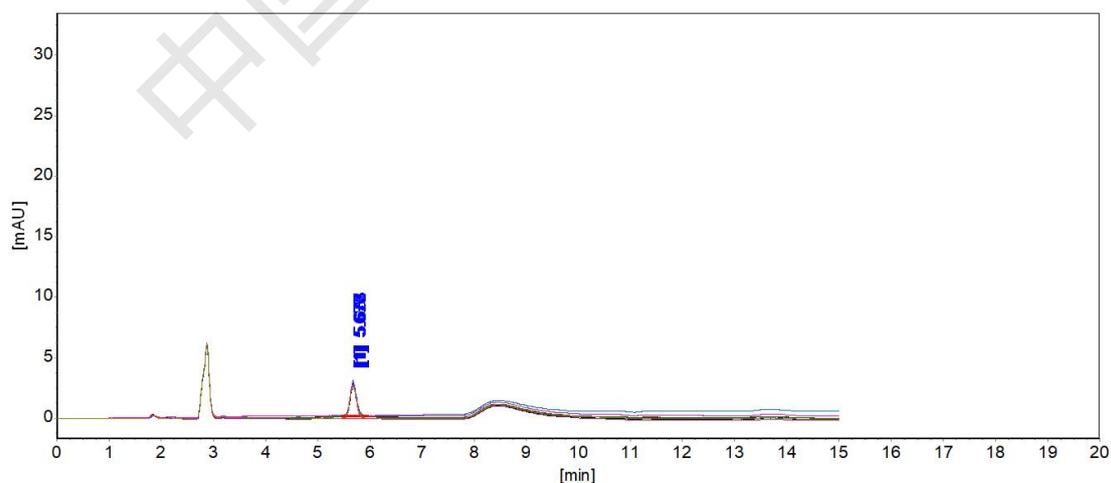


图 4 贝美格标准溶液重复性谱图 (0.5 $\mu\text{g/mL}$)

组分名	平均 时间 [min]	时间 RSD [%]	平均 面积 [uAU*s]	面积 RSD [%]	平均 峰高 [uAU]	峰高 RSD [%]	平均 含量 [μg/mL]	含量 RSD [%]	谱 图 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 [μg/mL]	检出限 [mg/kg]	定量限 [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

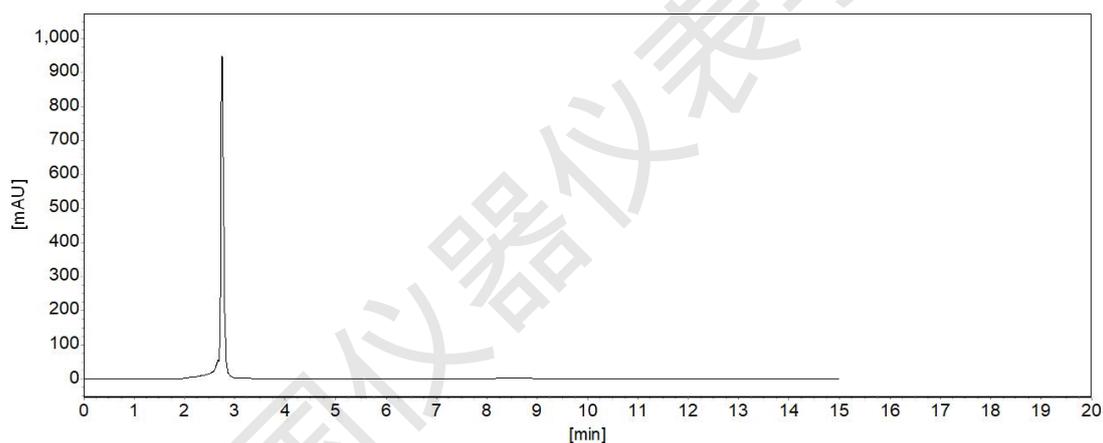


图 5 贝美格试样空白谱图

5.6.2 贝美格样品谱图及结果

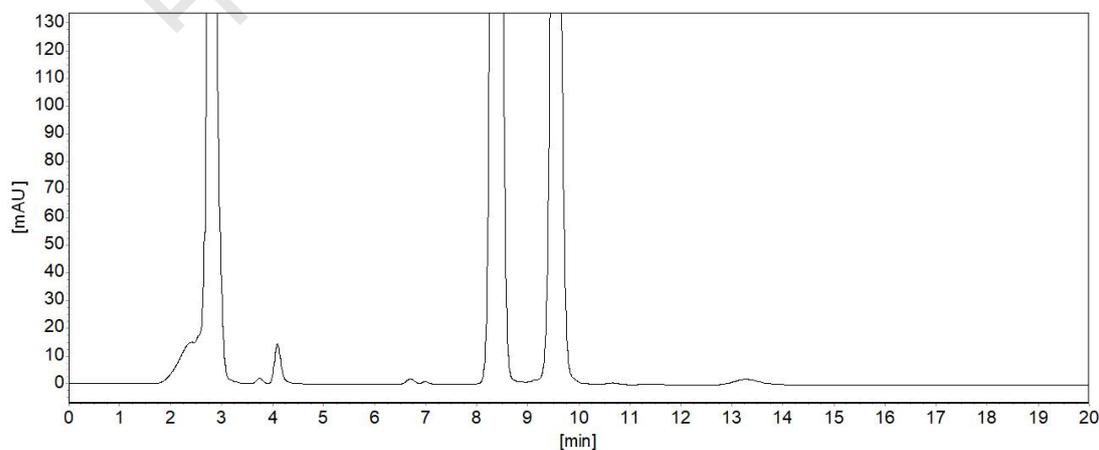


图 6 贝美格样品谱图

5.6.3 乳液类样品加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图及回收率结果

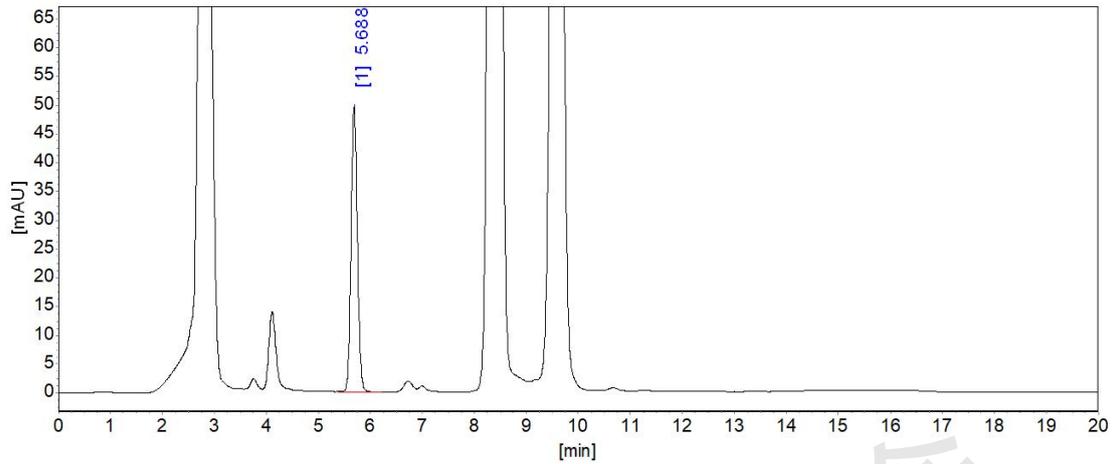


图 7 乳液类样品中加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图

分析结果表 1

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

样品中的 贝美格 (mg/kg)	试样空白 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	加标回收 (%)	相对标准 偏差 (%)	加标回收率范围 (%)
			91.82	91.82		
0	0	100	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

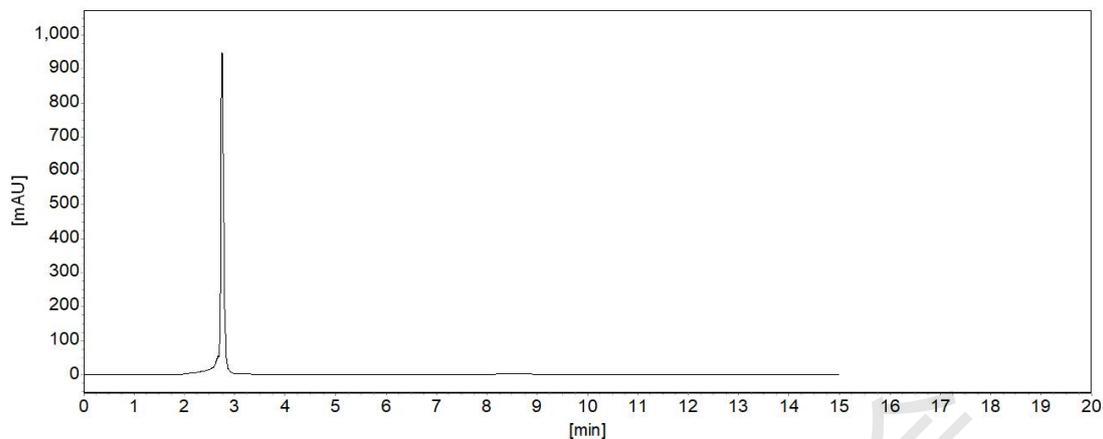


图 8 贝美格试样空白谱图

5.7.2 贝美格样品谱图及结果

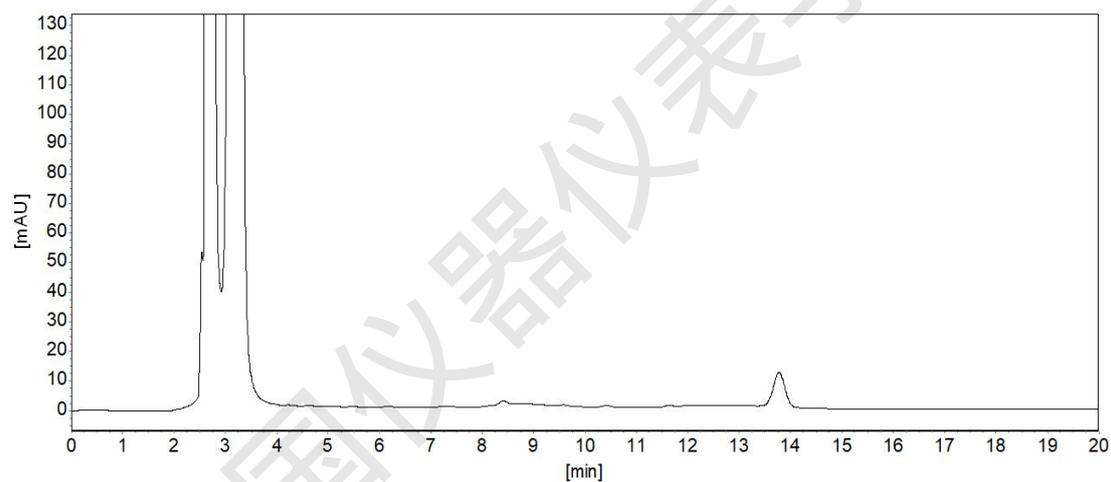


图 9 贝美格样品谱图

5.7.3 膏霜类样品加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图及回收率结果

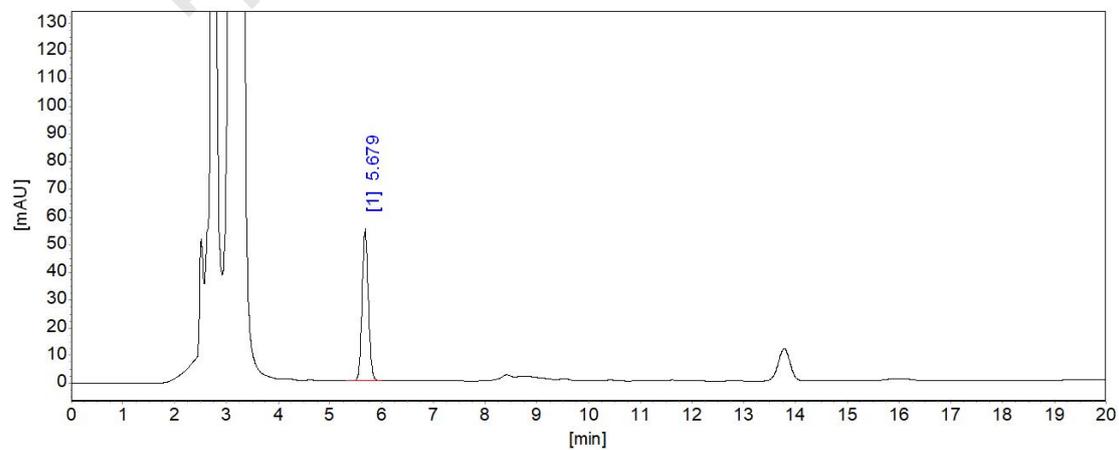


图 10 膏霜类样品中加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图

分析结果表 1

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

样品中的 贝美格 (mg/kg)	试样空白 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	加标回收 (%)	相对标准 偏差 (%)	加标回收率范围 (%)
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

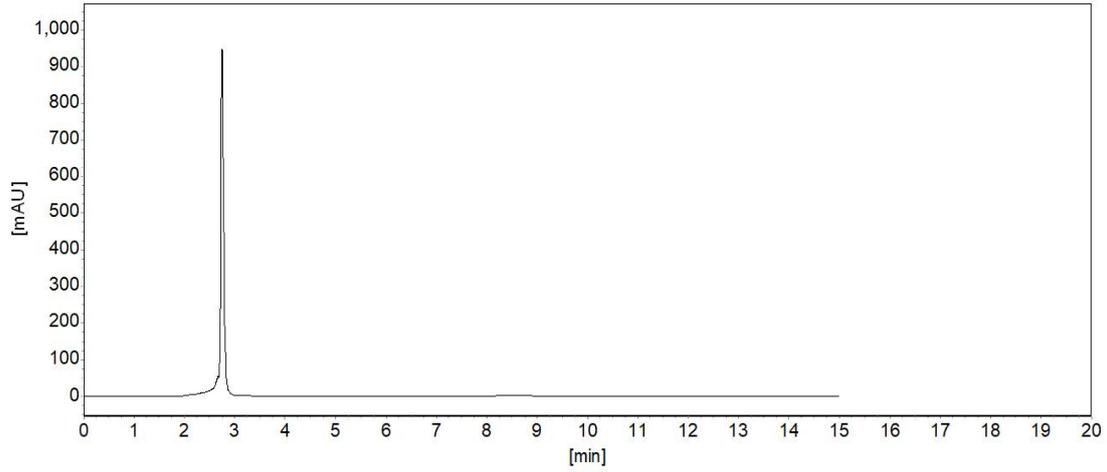


图 11 贝美格试样空白谱图

5.8.2 贝美格样品谱图及结果

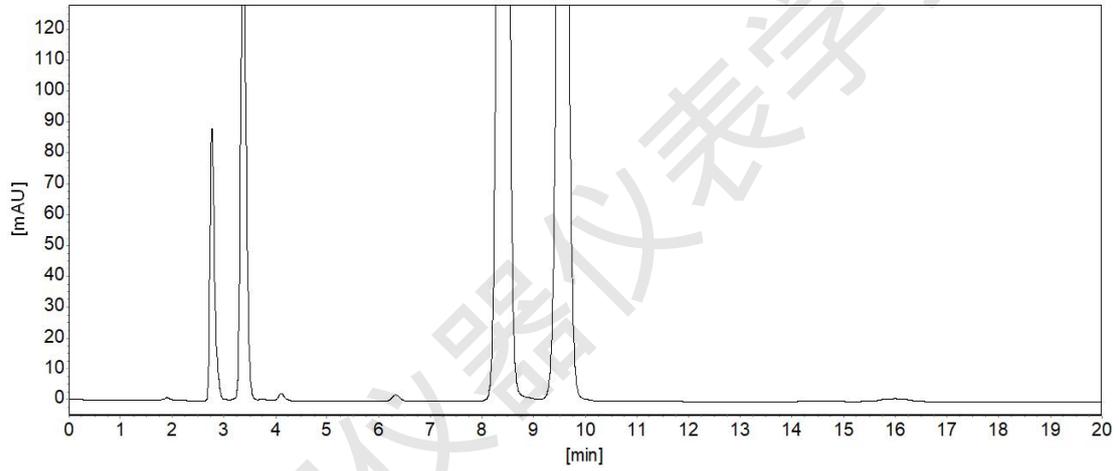


图 12 贝美格样品谱图

5.8.3 水制类样品加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图及回收率结果

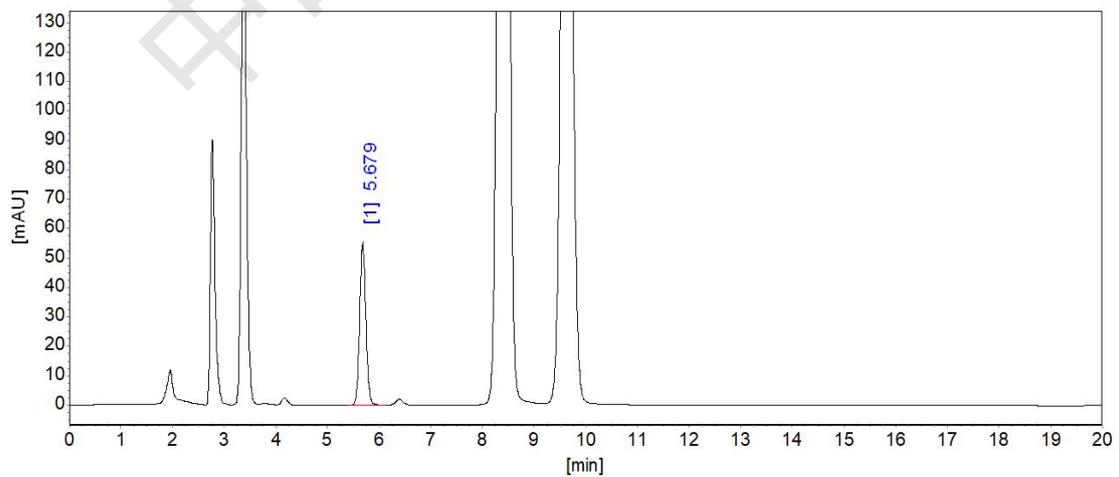


图 13 水制类样品中加标贝美格 (100 mg/kg) 谱图

分析结果表 1

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

样品中的 贝美格 (mg/kg)	试样空白 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	加标回收 (%)	相对标准 偏差 (%)	加标回收率范围 (%)
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 /min	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)	峰面积 RSD%	线性相关 系数	加标回收率 (%)
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。