

化妆品中禁用物质卡立普多的测定

高效液相色谱法

陈卿卿 张啸敏

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 样品经溶解超声提取后, 提取液经离心、氮吹、重新定容并过滤, 以配备蒸发光散射检测器的高效液相色谱仪进行测定, 根据保留时间初步定性, 外标法定量。

关键词: 高效液相色谱法; 检测方法; 卡立普多

1 检测方法

依据国家标准: 化妆品中禁用物质溴米索伐、卡溴脲和卡立普多的测定 高效液相色谱法 (GB/T 40899-2021)。

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 乙腈 (CH₃CN): 色谱纯。

2.1.2 甲醇 (CH₃OH): 色谱纯。

2.1.3 氯化钠: 分析纯。

2.1.4 屈臣氏饮用水

2.1.4 工业级氮气: 纯度≥99.99%。

2.1.5 滤膜: 0.45 μm 聚四氟乙烯滤膜。

2.1.6 40%乙腈溶液: 量取 40 mL 乙腈加入 100mL 容量瓶中, 加水稀释并定容至刻度。

2.1.7 卡立普多标准物质: (CATO, CCAD301789, 98.5%)

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、蒸发光散射检测器。

2.2.2 色谱柱: Sunniest C18 色谱柱, 4.60 mm * 250 mm, 粒径为 5.0 μm。

2.2.3 一次性注射器。

2.2.4 针头过滤器: 0.22 μm 有机滤膜。

2.2.5 抽滤瓶。

2.2.6 真空泵。

2.2.7 微孔滤膜 0.22 μm 。

2.2.8 超声清洗仪。

2.2.9 10 mL 离心管

2.2.10 离心机

2.2.11 浓缩装置：莱伯泰科平行蒸发仪 MultiVap-10（或其他性能相当的浓缩设备）。

2.2.12 移液枪

2.2.13 一般实验室常用仪器和设备。

3 实验

3.1 标准系列配置

3.1.1 卡立普多标准储备液

准确称取卡立普多标准物质（2.7）0.0490 g（准确到 0.1 mg），转移至 10 mL 容量瓶中，用 40%乙腈溶液（2.6）溶解并定容至刻度，配成质量浓度为 4900mg/L 的标准储备溶液，于 4°C 避光保存，有效期 2 个月。

3.1.2 卡立普多标准系列溶液

3.1.2.1 一级标准溶液（490 mg/L）

准确移取标准储备液（4.1.1）150 μL ，流动相 1350 μL ，配制成卡立普多浓度为 490 mg/L 的一级标准溶液。

3.1.2.2 二级标准溶液（294 mg/L）

准确移取标准储备液（4.1.1）120 μL ，流动相 1880 μL ，配制成卡立普多浓度为 294 mg/L 的二级标准溶液。

3.1.2.3 三级标准溶液（196 mg/L）

准确移取一级标准溶液（4.1.2.1）600 μL ，流动相 900 μL ，配制成卡立普多浓度为 196 mg/L 的三级标准溶液。

3.1.2.4 四级标准溶液（98 mg/L）

准确移取三级标准溶液（4.1.2.3）750 μL ，流动相 750 μL ，配制成卡立普多浓度为 98 mg/L 的四级标准溶液。

3.1.2.5 五级标准溶液（49 mg/L）

准确移取四级标准溶液（4.1.2.4）750 μL ，流动相 750 μL ，配制成卡立普多浓度为 49 mg/L

的五级标准溶液。

3.1.2.6 五级标准溶液（4.9 mg/L）

准确移取四级标准溶液（4.1.2.4）200 μ L，流动相 800 μ L，配制成卡立普多浓度为 9.8 mg/L 的五级标准溶液。

3.2 样品制备

3.2.1 水剂类样品

称取 1.0 g 样品，精确至 0.001g，置于 10 mL 具塞比色管中，加入甲醇定容至 10 mL，超声提取 20 min，冷却至室温。取定容液 1mL 氮吹至干，用流动相重新定容至 1mL，经微孔滤膜过滤后待测。

3.2.2 乳液和膏霜类样品

称取 1.0 g 样品，精确至 0.001g，置于 10 mL 具塞比色管中，加入甲醇定容至 10 mL，混合均匀，加入 2 g 氯化钠破乳，超声提取 20 min，冷却至室温。移取所得悬浮液 5mL 于 10mL 离心管中，5000r/min 离心 5 min。取上清液 1mL 氮吹至干，用流动相重新定容至 1mL，经微孔滤膜过滤后待测。

3.3 加标样品制备

3.3.1 最低检出限使用液配置（加标量 10 mg/L）

称取卸妆水 1.0 g，精确至 0.001g，置于 10 mL 具塞比色管中，加入卡立普多标准储备液（4.1.1）10 μ L，使用甲醇定容至 10 mL，超声提取 20 min，冷却至室温。取定容液 1mL 氮吹至干，用流动相重新定容至 1mL，经微孔滤膜过滤后待测。

3.3.2 水剂类样品加标溶液配制（加标量 50 mg/L）

称取卸妆水 1.0 g，精确至 0.001g，置于 10 mL 具塞比色管中，加入卡立普多标准储备液（4.1.1）50 μ L，使用甲醇定容至 10 mL，超声提取 20 min，冷却至室温。取定容液 1mL 氮吹至干，用流动相重新定容至 1mL，经微孔滤膜过滤后待测。

3.3.3 乳液和膏霜类样品加标溶液配制（加标量 100 mg/L）

称取乳液 1.0 g，精确至 0.001g，置于 10 mL 具塞比色管中，加入卡立普多标准储备液（4.1.1）100 μ L，使用甲醇定容至 10 mL，混合均匀，加入 2 g 氯化钠破乳，超声提取 20 min，冷却至室温。移取所得悬浮液 5mL 于 10mL 离心管中，5000r/min 离心 5 min。取上清液 1mL 氮吹至干，用流动相重新定容至 1mL，经微孔滤膜过滤后待测。

3.4 仪器条件

a) 色谱柱：Sunniest C18，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μ m + C18 预柱；

b) 流动相：乙腈：水=40:60（若样品中杂质较多时，卡立普多出峰后可进行梯度冲洗）

c) 流速：1.0 mL/min；

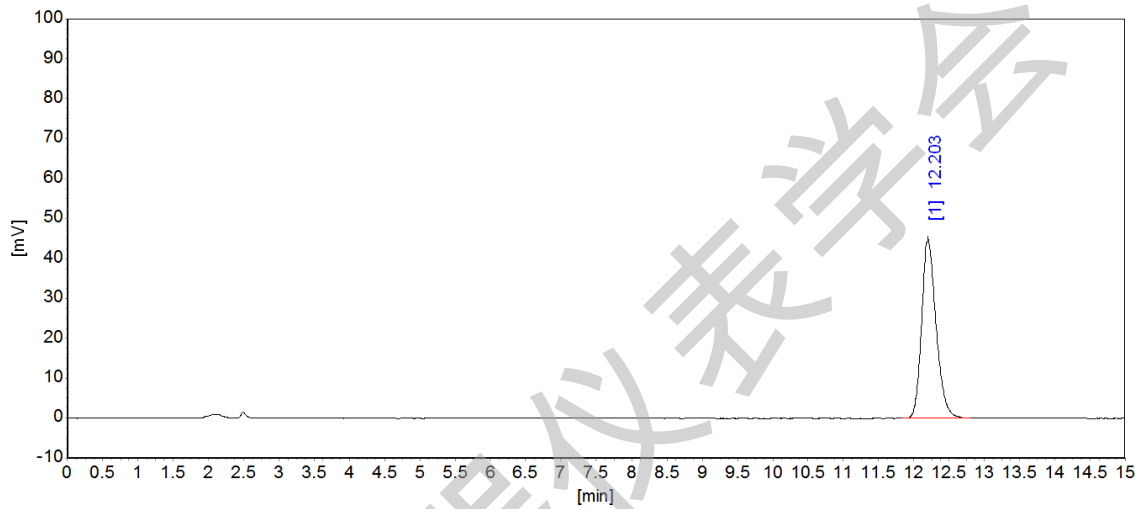
e) 检测器：漂移管温度 30°C，载气流速 2 L/min

f) 柱温：30 °C；

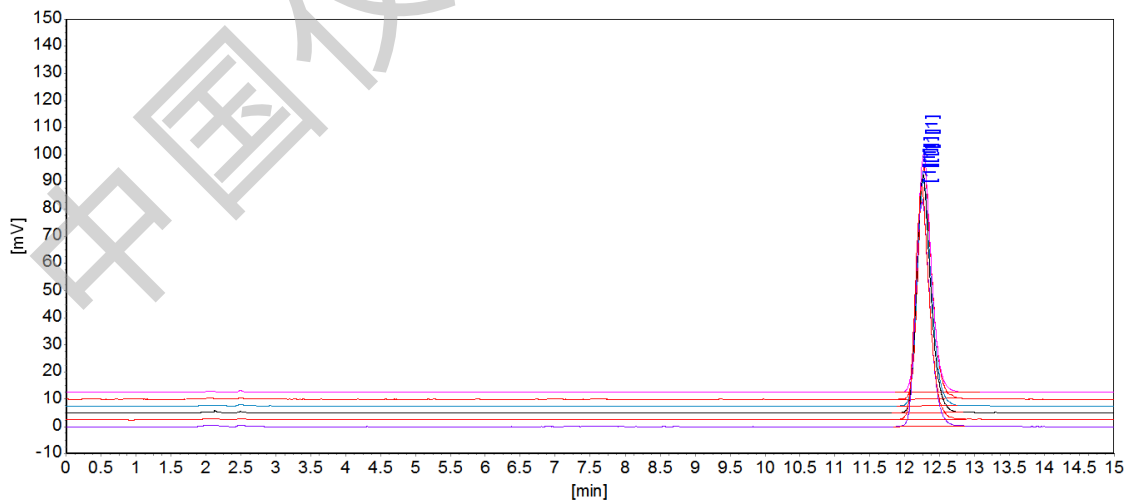
g) 进样量：20 μ L；

3.5 分析结果

3.5.1 卡立普多标准溶液典型谱图及结果（4.0 μ g/mL）



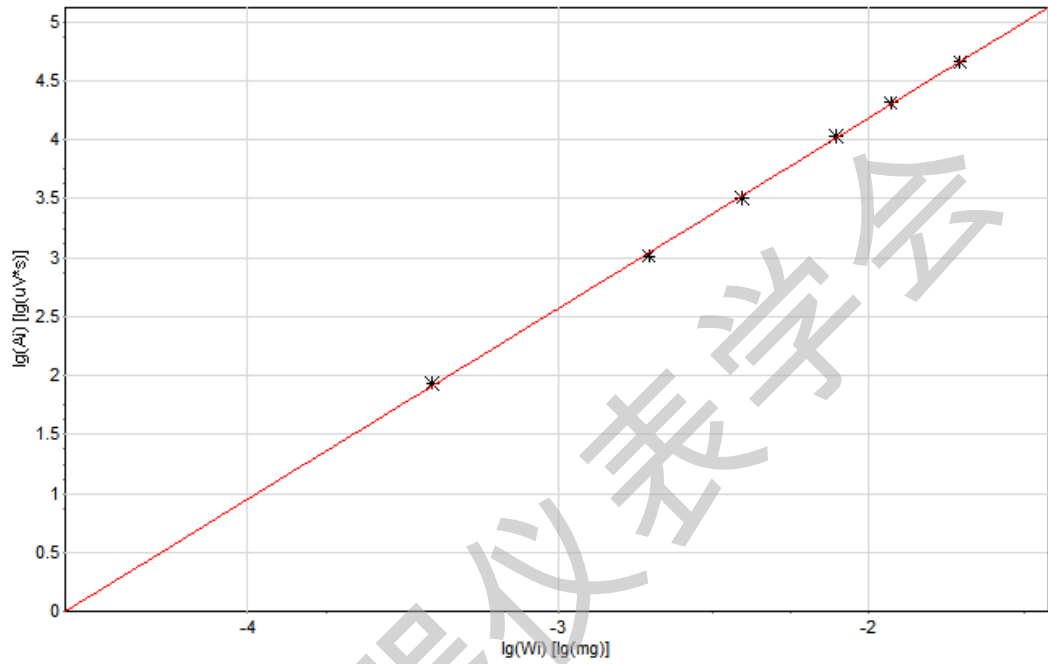
序号	组分名	保留时间/min	峰高/uAU	峰面积/uAU*s	理论塔板数	拖尾因子
1	卡立普多	12.203	44858	10618	18156	1.233



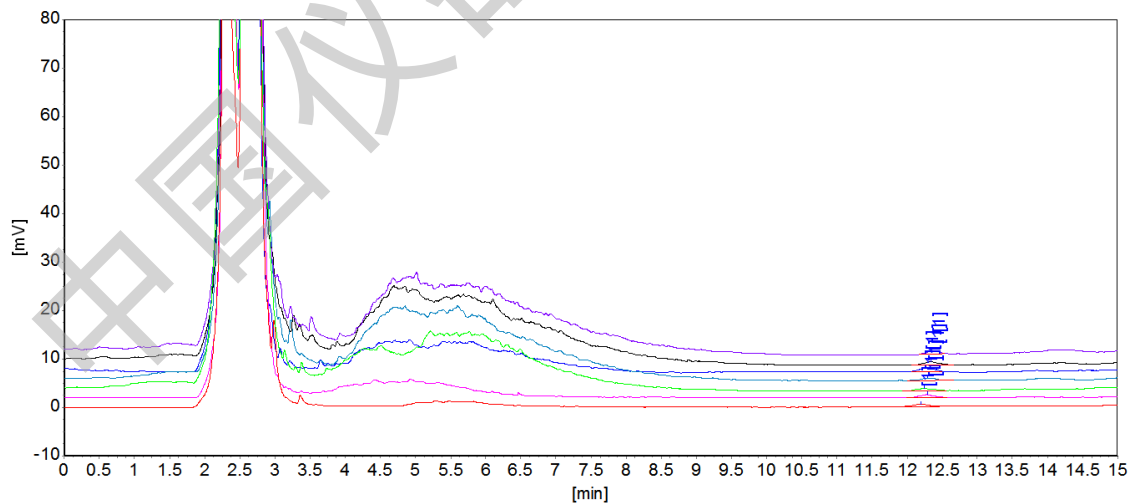
序号	组分名	平均保留时间/min	保留时间 RSD/%	平均峰面积 /uAU*s	峰面积 RSD/%	平均峰高 /uAU	峰高 RSD/%
1	卡立普多	12.263	0.091	20218	1.633	85378	2.763

标准曲线的绘制: 分别进样浓度为 10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L 和 500 mg/L 的标准系列溶液各 20 μ L, 进行 HPLC 分析。然后以峰面积的对数 (以 10 为底) 为纵坐标, 以目标物的含量的对数 (以 10 为底) 为横坐标, 绘制标准曲线。

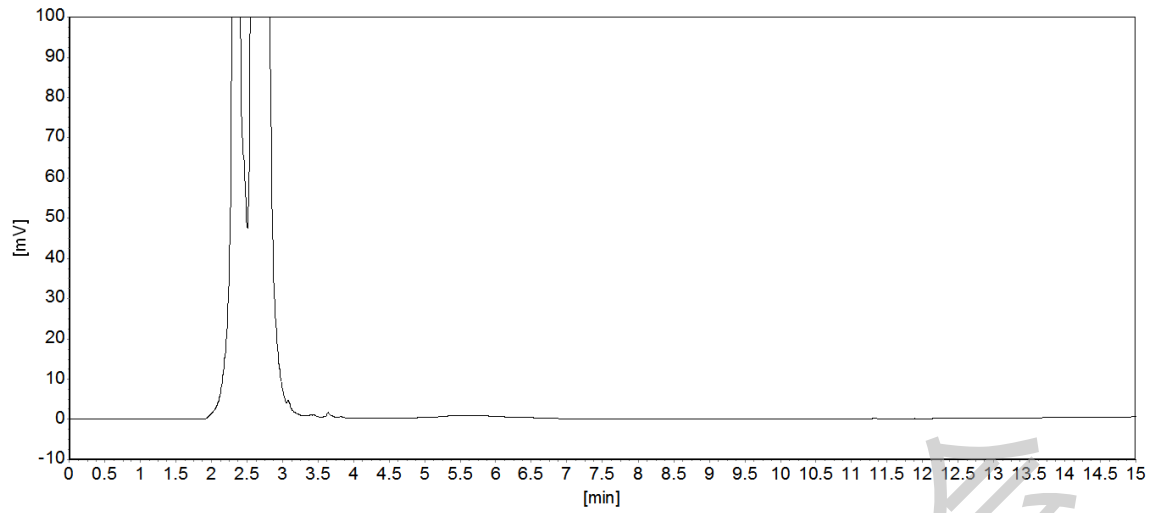
组分[卡立普多]: 曲线方程: $\lg(W_i) = -4.59034 + 0.619194 \cdot \lg(A_i)$
 校正因子: $f_0 = -4.59034, f_1 = 0.619194$ 相关系数: $r^2 = 0.99954$



3.5.2 检出限

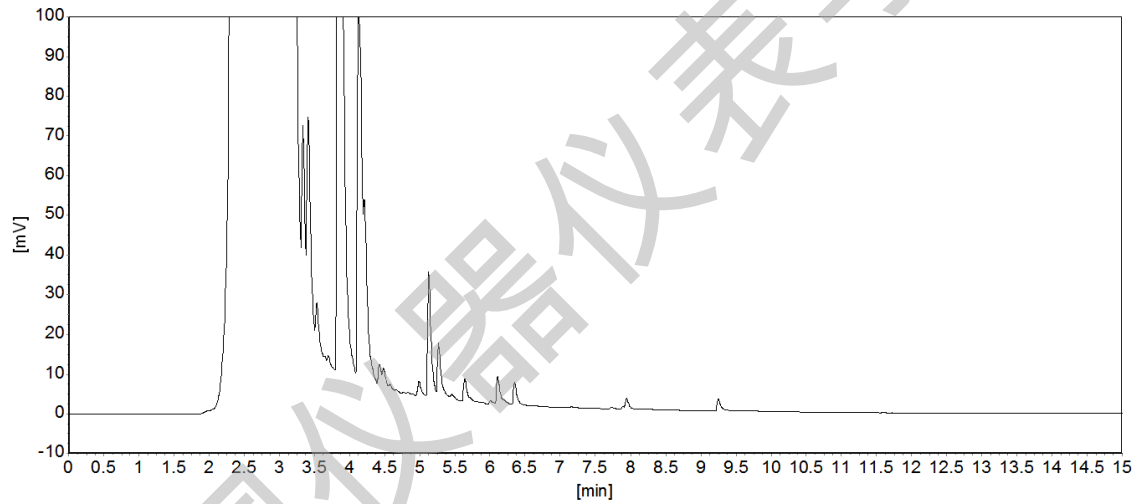


峰序	平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	检出限/ mg/kg	标准要求检出 限/ mg/kg
1	卡立普多	14.1625	12.6677	13.5933	13.3812	12.9927	12.7008	13.1010	8.3491	10



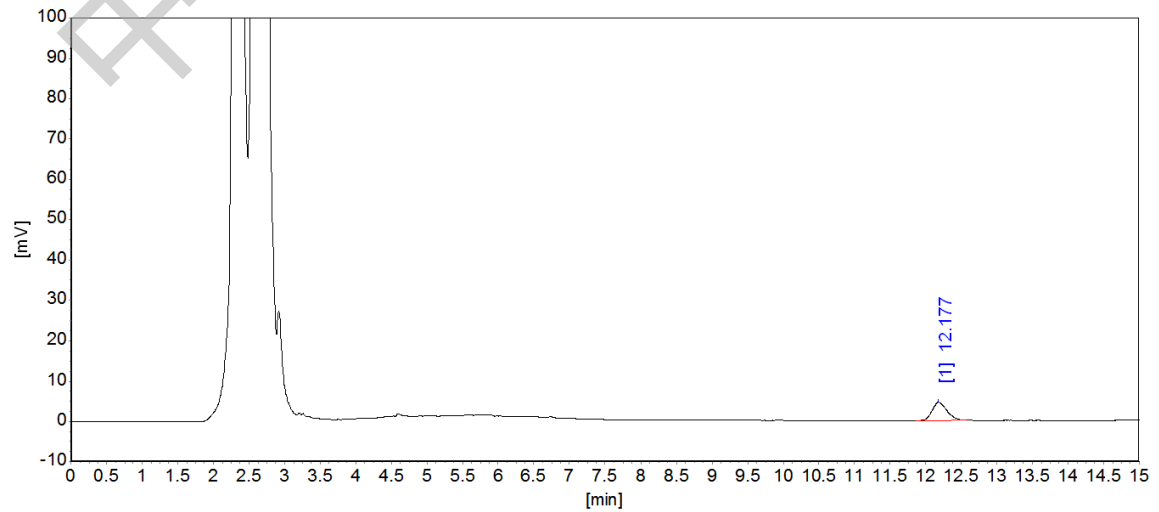
未检出卡立普多

3.5.3 乳液水典型谱图及结果



未检出卡立普多

3.5.4 样品加标典型谱图及回收率



1-卡立普多

组分名称	样品	样品中卡立普多的含量 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	称样量 (g)	测量值 (mg/kg)	加标回收率 (%)	平均加标回收率范围 (%)
卡立普多	卸妆水	未检出	49	1.0356	236.5685	100.00	100.00-108.37
				1.0167	252.4354	104.76	
				1.0414	254.9573	108.37	
	乳液	未检出	98	1.1784	478.397	115.05	100.28-115.05
				1.2163	403.9823	100.28	
				1.0328	544.0601	114.67	

中国仪器仪表装备网