

高效与精准兼得!科诺美并联液相技术实现化妆品中 8 种化合物同步测定

一、前言

在化妆品中, 巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、亚二巯基二乙酸、巯基乙酸乙酯、巯基乙酸异丙酯、巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯具有去角质、保湿、美容等功效, 还可以减少黑斑和色斑的出现。但是长期过量使用这些原料的化妆品, 会刺激皮肤, 引起过敏反应。

本应用参考《化妆品安全技术规范》2015 版, 采用 Leaps Duo 并联液相色谱系统将化妆品中巯基乙酸等 8 种化合物分成两组, 采用不同色谱条件同时测试, 其中巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、亚二巯基二乙酸、巯基乙酸乙酯、巯基乙酸异丙酯为I组, 巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯为II组。检测时间缩减一半, 显著提高了工作效率。

二、实验条件

1. 仪器设备: Leaps Duo 并联液相色谱仪 (P60 双三元梯度泵、A10D 双阀自动进样器、C10V2 柱温箱、D10 紫外检测器、D22 二极管阵列检测器)
2. 混合标准工作溶液: I 组混合标准工作溶液 (6 种, 巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、亚二巯基二乙酸、巯基乙酸乙酯、巯基乙酸异丙酯) 浓度分别为: 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 、20.00 $\mu\text{g/mL}$ 、50.00 $\mu\text{g/mL}$; II 组混合标准工作溶液 (巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯) 浓度分别为: 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 、20.00 $\mu\text{g/mL}$ 、50.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

三、色谱条件

1. I 组色谱条件:
 - 1.1 色谱柱: Lotus C18 (4.6*250 mm, 5 μm)
 - 1.2 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$
 - 1.3 进样体积: 50 μL
 - 1.4 检测波长: 210 nm

1.5 流动相：A：0.05 %磷酸溶液 B：0.05 %磷酸的乙腈溶液

1.6 梯度表：

时间 (min)	泵 (mL/min)	A%	B%
0.0	1.0	96	4
10	1.0	96	4
20	1.0	93	7
20.1	1.0	75	25
40	1.0	10	90
40.1	1.0	0	100
50	1.0	0	100
50.1	1.0	96	4
55	1.0	96	4

2. II 组色谱条件：

2.1 色谱柱：Lotus C18 (4.6*250 mm, 5 μ m)

2.2 柱温：30 $^{\circ}$ C

2.3 进样体积：50 μ L

2.4 波长：210 nm

2.5 流动相：B： 0.05 %磷酸的乙腈溶液 C：0.05 %磷酸溶液

2.6 梯度表：

时间 (min)	泵 (mL/min)	B%	C%
0.0	1.0	50	50
35	1.0	80	20
40	1.0	80	20
40.1	1.0	50	50
45	1.0	50	50

四、实验结果

1. 标准溶液谱图

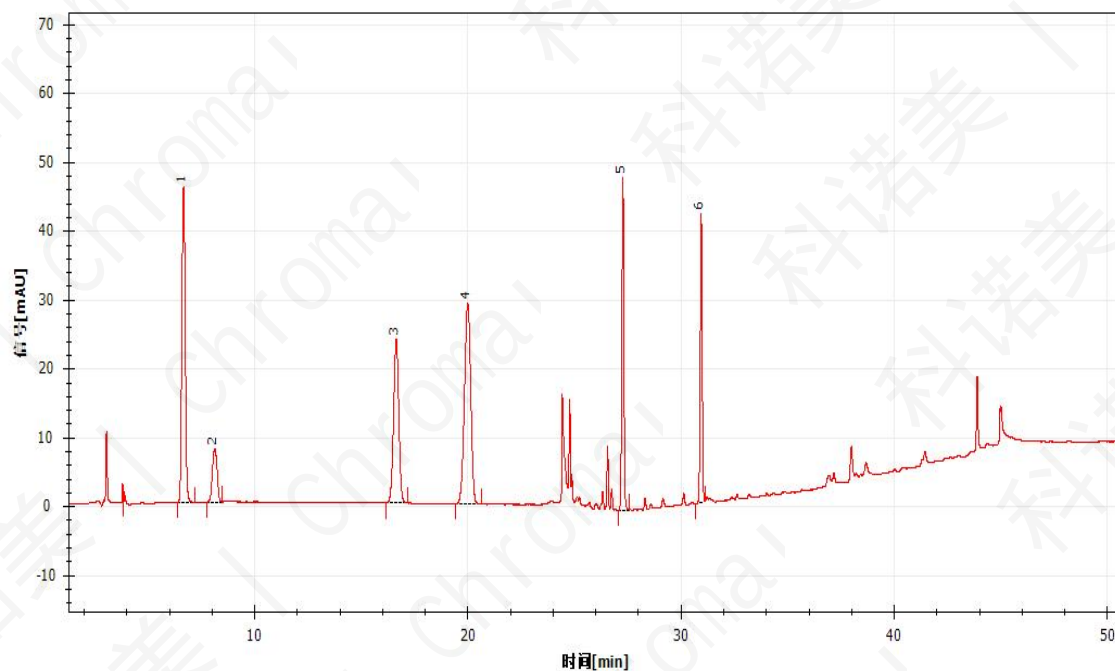


图1 I组巯基乙酸等6种化合物标准溶液色谱图

(1-巯基乙酸; 2-甘油巯基乙酸酯; 3-巯基乙酸甲酯; 4-亚二巯基二乙酸; 5-巯基乙酸乙酯; 6-巯基乙酸异丙酯)

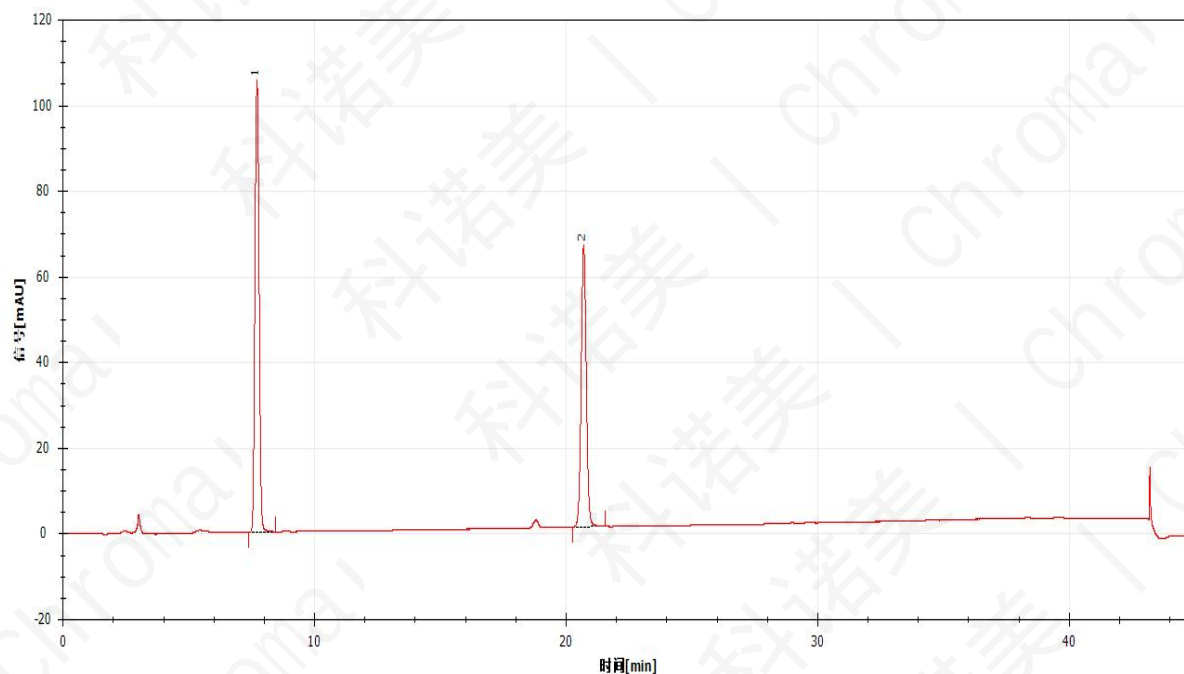


图2 II组2种化合物(1-巯基乙酸丁酯; 2-巯基乙酸异辛酯)标准溶液色谱图

2. 标准曲线及检出限

依次将标准工作溶液按浓度从低到高进样,以不同浓度点为横坐标,以每个浓度

点峰面积为纵坐标绘制标准曲线。各化合物在线性范围内，线性相关系数均大于0.9997。

表 1 标准曲线及检出限结果表

组别	峰	化合物	浓度范围 (μg/mL)	回归方程	相关系数	检出限(ng)
I	1	巯基乙酸	1.00~50.00	Y=26.467X-10.916	0.9999	1.81
	2	甘油巯基乙酸酯	1.00~50.00	Y=6.0103X-1.1344	0.9999	27.69
	3	巯基乙酸甲酯	1.00~50.00	Y=20.367X-4.0965	0.9999	25.30
	4	亚二巯基二乙酸	1.00~20.00	Y=29.803X+0.5099	0.9999	17.81
	5	巯基乙酸乙酯	1.00~50.00	Y=16.041X-1.2039	0.9999	13.35
	6	巯基乙酸异丙酯	1.00~50.00	Y=13.387X-1.4745	0.9999	15.86
II	1	巯基乙酸丁酯	1.00~50.00	Y=12.103X-0.1568	0.9997	21.12
	2	巯基乙酸异辛酯	1.00~50.00	Y=8.8064X+2.2902	0.9997	42.39

3. 重复性

将巯基乙酸等 8 种原料的标准溶液分别进样 6 次，重复性结果如表 2 所示，保留时间 RSD%均小于 1%，峰面积 RSD%均小于 1.5%。

表 2 重复性结果表

组别	化合物	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
I	巯基乙酸	0.31	0.83
	甘油巯基乙酸酯	0.34	0.53
	巯基乙酸甲酯	0.77	0.95
	亚二巯基二乙酸	0.89	1.36
	巯基乙酸乙酯	0.07	1.48
	巯基乙酸异丙酯	0.12	0.73
II	巯基乙酸丁酯	0.32	0.63
	巯基乙酸异辛酯	0.18	0.61

4. 实际样本测试

对某品牌的化妆水进行测试，该化妆品中巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基

乙酸甲酯、亚二巯基二乙酸、巯基乙酸乙酯、巯基乙酸异丙酯、巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯 8 种化合物均未检出。

5. 加标回收率

在实际样本中添加不同化合物对应的加标浓度，加标回收率计算结果如表 3 所示，加标回收率范围在 88.85%~102.50%之间。

表 3 加标回收率结果表

组别	化合物	加标浓度 (μg/mL)	加标回收率 (%)
I	巯基乙酸	20.00	102.50
	甘油巯基乙酸酯	20.00	99.05
	巯基乙酸甲酯	20.00	93.70
	亚二巯基二乙酸	20.00	89.75
	巯基乙酸乙酯	20.00	88.85
	巯基乙酸异丙酯	15.00	101.93
II	巯基乙酸丁酯	5.00	92.20
	巯基乙酸异辛酯	5.00	91.20

五、结论

本应用案例使用科诺美 Leaps Duo 并联液相色谱系统建立了快速测定化妆品中巯基乙酸等 8 种化合物的方法。各化合物线性相关系数均大于 0.9997；保留时间 RSD%均小于 1%，峰面积 RSD%均小于 1.5%；实际样本加标回收率在 88.85%~102.50%之间。本方法自动化程度高，稳定性好，灵敏度高，过程简便易操作，采用双进样系统，大大提高了工作效率，将检测时间缩减一半，适用于化妆品中巯基乙酸等 8 种化合物的快速测定。