

高效液相色谱 在化妆品行业的应用

目录

前言1

第1章 化妆品中米诺地尔的检测 1

1.1 前言 1

1.2 仪器设备与试剂2

1.3 实验方法 3

1.4 实验结果 4

1.5 参考文献 6

第2章 化妆品中马兜铃酸的检测 7

2.1 前言 7

2.2 仪器设备与试剂8

2.3 实验方法 9

2.4 实验结果 10

2.5 参考文献 12

第3章 化妆品中马来酸二乙酯的检测 13

3.1 前言 13

3.2 样品预处理13

3.3 典型谱图 14

3.4 性能指标 15

第4章 化妆品中酮麝香的检测 17

4.1 前言 17

4.2 样品预处理17

4.3 典型谱图 18

4.4 性能指标 18

第5章 化妆品中氯苯甘醚的检测 20

5.1 前言 20

5.2 样品预处理 20

5.3 典型谱图 21

5.4 性能指标 21

第6章 化妆品中氨基己酸的检测 23

6.1 前言 23

6.2 样品预处理 23

6.3 典型谱图 24

6.4 最小检出浓度 24

第7章 化妆品中颜料橙等五种禁用着色剂的检测 25

7.1 前言 25

7.2 样品预处理 25

7.3 典型谱图 26

7.4 性能指标 28

第8章 化妆品中9种着色剂的检测 30

8.1 前言 30

8.2 样品预处理 30

8.3 典型谱图 31

第9章 化妆品中苯并芘的检测 32

9.1 前言 32

9.2 样品预处理 32

9.3 典型谱图 33

9.4 性能指标 34

第10章 化妆品中禁-限用物质检测的仪器配置 36

10.1 主要前处理设备 36

10.2 推荐配置 36

前言

我国化妆品行业是一个快速发展的新兴技术领域，作为化学品的一种，化妆品等日化产品由于是消费者直接接触和使用的，因此更加受到关注，然而近些年来层出不穷的化妆品安全事件显示我国目前的化妆品安全形势不容乐观，如染发剂中检出间苯二胺以及婴幼儿沐浴液检出甲醛等化妆品安全事件频发，化妆品中的安全问题引起社会越来越多的关注。

化妆品安全与禁限用物质随着化妆品品种的不断增多，它们常受到产品中主料成分、辅助或者活性成分、化学工业残留、环境污染物等方面的影响，在化妆品中使用禁用物质或超量使用限用物质，这些物质会对人体健康造成多种急性或慢性的损害。为了规范化妆品行业，我国制定了《化妆品安全技术规范》（简称《技术规范》2015 年版），《技术规范》是原卫生部印发的《化妆品卫生规范》（2007 年版，简称《卫生规范》）的修订版，自 2016 年 12 月 1 日起施行。本规范规定了化妆品的安全技术要求，包括通用要求、禁限用组分要求、准用组分要求以及检验评价方法等。《化妆品安全技术规范》的更新变化不仅加强了化妆产品自身的质量安全控制，同时对企业进行了有效监督。

大连依利特分析仪器有限公司结合相关国家标准，针对化妆品中米诺地尔、马兜铃酸 A、马来酸二乙酯、酮麝香、氯苯甘醚、氨基己酸、颜料橙（CI 12075）等五种禁用着色剂、9 种着色剂及苯并[a]芘的检测，提出相应实际有效可行液相检测解决方案，供参考。

第1章 化妆品中米诺地尔的检测

1.1 前言

1.1.1 米诺地尔性质

米诺地尔是一种钾通道开放药，这类药物在降压时常伴有发射性心动过速和心输出量的增加。对于血管扩张的作用具有选择性，见于冠状动脉，胃肠道血管和脑血管，而不扩张肾和皮肤血管，它还可以减低或停止掉发并且促进毛发再生。

1.1.2 米诺地尔结构

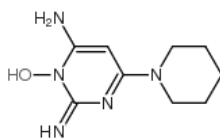


图 1-1 米诺地尔结构式

1.1.3 米诺地尔危害

米诺地尔可用于治疗脱发，目前的研究认为米诺地尔可以直接刺激毛囊上皮细胞增殖和分化；促进血管形成，增加局部血流量；开放钾离子通道；使毛囊由休止期向生长期转化。米诺地尔高浓度比低浓度疗效好，但其引起的局部不良反应也较多，过量的米诺地尔会导致多毛症，具有潜在危害，因此需要对洗发类样品中的米诺地尔进行检测。

1.1.4 检测方法

大连依利特分析仪器有限公司，结合 GB/T 35837-2018《化妆品中禁用物质米诺地尔的测定 高效液相色谱法》提出了针对育发生发功效的乳液、膏霜、水剂和洗发类样品中米诺地尔分析的全套解决方案。相关人员可参考本实验中的方法，进行洗发用品中米诺地尔的检测。

1.2 仪器设备与试剂

表1-1(a) EClassical 3100型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3100紫外-可见检测器	1台	31020023
2	P3100高压恒流泵	1台	31010047
3	O3100色谱柱恒温箱	1台	31040010
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	色谱数据工作站	1套	
7	TD-1-15梯度混合器(选配)	1个	31060001
8	TP3100溶剂托盘	1台	
9	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	
10	S3100自动进样器(选配)	1台	31090005
11	DG3100在线脱气机(选配)	1台	31050006

表1-1(b) iChrom 5100型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	D5101紫外-可见检测器	1台	31020022
2	P5101高压恒流泵	1台	31010041
3	O5100色谱柱恒温箱	1台	31040009
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	VB5101阀支架	1个	18050012
6	色谱数据工作站	1套	
7	M5101系统组织器	1台	31080009
8	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	
9	5100系统工具包	1套	
10	S5101自动进样器(选配)	1台	31090004
11	P5102高压恒流泵(选配)		
12	M5102系统组织器(选配)	1台	31080010

表1-2 主要化学试剂、标准品清单

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	氯化钠	分析纯
3	去离子水	18.2M Ω
4	米诺地尔标准品	阿拉丁

表1-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量
5	离心机	3K-15	SIGMA

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、滤膜等若干。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液配制

米诺地尔标准储备液(100mg/L): 准确称取10mg(精确至0.0001g)米诺地尔, 用70%甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 于4℃保存。

米诺地尔标准工作液: 使用70%甲醇配制浓度分别为0.5mg/L、1.0mg/L、5.0mg/L、10.0mg/L、20.0mg/L的米诺地尔标准工作液。

1.3.2 样品前处理

称取 0.5g 试样(精确至 0.0001g)置于 50mL 离心管, 加入 70%甲醇 10mL, 摇匀, 超声提取 20min, 5000r/min 离心 15min 后, 上清液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤, 备用。

1.3.3 色谱条件

流动相: 甲醇:0.3%三氟乙酸水溶液=45:55(V:V)

色谱柱: Supersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm

流速: 1.0 mL/min

波长: 230nm

进样量: 10 μ L

温度: 30℃

1.4 实验结果

1.4.1 典型分离色谱图

进样分析浓度为20.0mg/L米诺地尔标准工作液，使用1.3.3中的色谱条件，结果如下图所示。

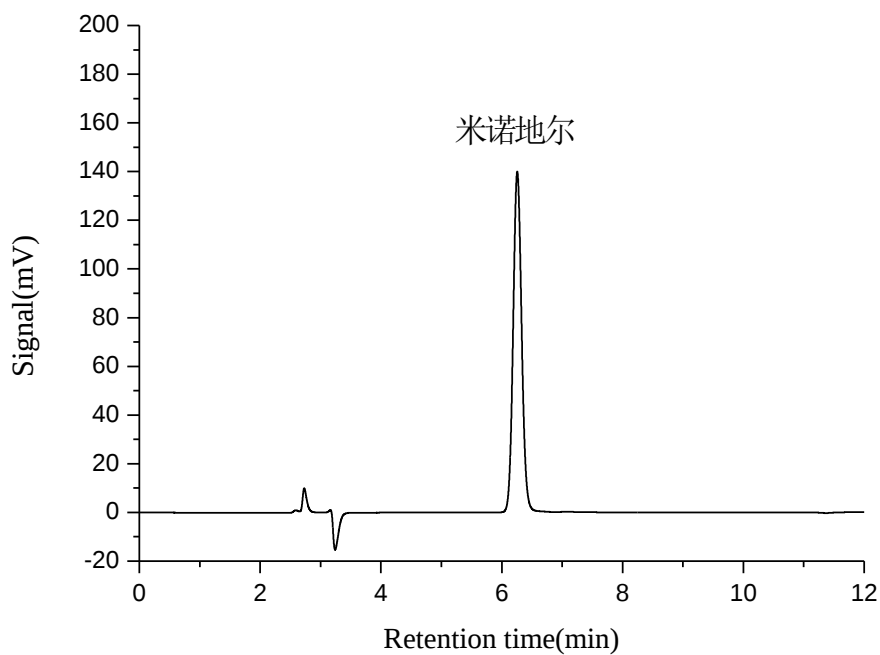


图1-2 米诺地尔标准溶液色谱图

表 1-4 色谱参数

物质	保留时间(min)	峰面积(mV.sec)	不对称度	塔板数(N/m)
米诺地尔	6.26	1359.99	1.13	38100

从以上结果可知，米诺地尔分析速度快，不对称度好，柱效高，故该方法适合于米诺地尔的分析。

1.4.2 线性与检出限

将米诺地尔标准工作溶液，按 1.3.3 中色谱条件进行分析，米诺地尔的线性如下表所示。

表 1-5 线性方程

物质	线性方程	线性相关系数 R
米诺地尔	$y = 67.8177x + 2.1842$	0.9998

从上表可知，米诺地尔浓度在0.5mg/L到20mg/L线性范围内线性相关系数大于0.999。

以 3 倍信噪比对应的浓度换算为仪器的检出限，以 10 倍信噪比对应的浓度为仪器的定量限，检出限结果如下表所示。

表1-6 检出限对比

	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	GB/T 35837-2018 检出限(mg/kg)	GB/T 35837-2018 定量限(mg/kg)
米诺地尔	0.26	0.86	5.00	10.00

从以上结果可知，本系统的米诺地尔检测的灵敏度明显低于国标中的要求，即符合检测要求。

1.4.3 方法准确性与重复性

在添加浓度0.5mg/L、5.0mg/L、20.0mg/L浓度范围内，测得回收率88.4%~102.7%，相对标准偏差为0.9%~4.3%。

表 1-7 洗发水中米诺地尔方法准确性与重复性结果

加标浓度 (mg/L)	平行样品	实测值 (mg/L)	加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)
0.5	1	0.49	99.7	1.8
	2	0.49	99.4	
	3	0.51	102.7	
5.0	1	4.82	96.4	4.3
	2	4.61	92.3	
	3	4.42	88.4	
20.0	1	18.49	92.4	0.9
	2	18.18	90.9	
	3	18.40	91.9	

1.4.4 实际样品

市场购买洗发水，按本文中提到的方法并进行了分析，结果如下所示。

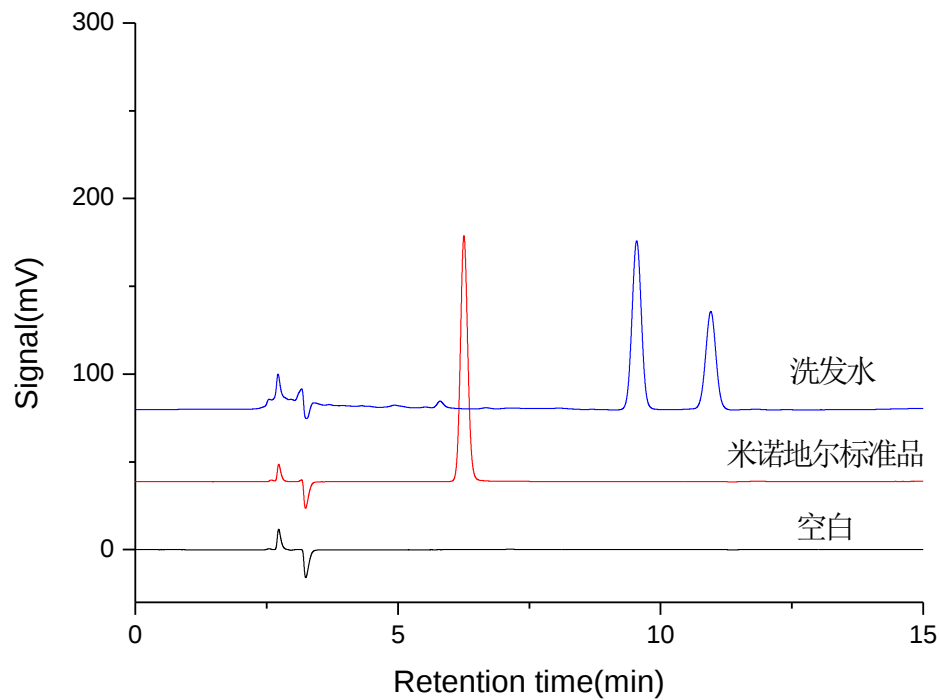


图 1-3 实际样品谱图

表 1-8 实际样品

苯甲酸	浓度($\mu\text{g/L}$)	含量($\mu\text{g/kg}$)
洗发水	未检出	未检出

1.5 参考文献

[1]GB/T 35837-2018 《化妆品中禁用物质米诺地尔的测定高效液相色谱法》。

第2章 化妆品中马兜铃酸的检测

2.1 前言

2.1.1 马兜铃酸性质

马兜铃酸是一大类硝基菲类有机酸化合物，包括马兜铃酸 A、B、C、D 以及马兜铃内酰胺等等。存在于马兜铃属及细辛属等马兜铃科植物中，而这些植物曾广泛地被中医作为原生药材入药，依靠吸食这类植物生存的蝴蝶体内也有马兜铃酸。

2.1.2 马兜铃酸结构

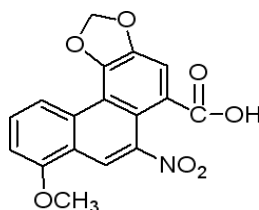


图 2-1 马兜铃酸结构式

2.1.3 马兜铃酸危害

马兜铃酸类化合物中，主要的毒性成分为马兜铃酸 A 或其代谢物马兜铃内酰胺，硝基是马兜铃酸类衍生物中最主要的毒性基团，此外甲氧基和羟基的存在可以使马兜铃酸的毒性进一步加强。另有研究发现，不但马兜铃酸具有很强的肾毒性，其代谢产物马兜铃内酰胺同样具有肾毒性。又通过对马兜铃酸代谢过程及代谢酶的研究证实，马兜铃酸可使 RAS 基因和 P53 基因发生突变，进而诱发肿瘤。因此需要对马兜铃酸进行检测。

2.1.4 检测方法

大连依利特分析仪器有限公司结合 GB/T 35949-2018《化妆品中禁用物质米马兜铃酸 A 的测定高效液相色谱法》提出了针对膏霜、乳液、化妆水等皮肤护理类化妆品中马兜铃酸 A 分析的全套解决方案。相关人员可参考本实验中的方法，进行化妆品中马兜铃酸 A 的测定。

2.2 仪器设备与试剂

表2-1(a) EClassical 3100型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3100紫外-可见检测器	1台	31020023
2	P3100高压恒流泵	1台	31010047
3	O3100色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040010
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	色谱数据工作站	1套	
7	TD-1-15梯度混合器(选配)	1个	31060001
8	TP3100溶剂托盘	1台	
9	SupersilODS2 5 μ m4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	
10	S3100自动进样器(选配)	1台	31090005
11	DG3100在线脱气机(选配)	1台	31050006

表2-1(b) iChrom 5100型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	D5101紫外-可见检测器	1台	31020022
2	P5101高压恒流泵	1台	31010041
3	O5100色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040009
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	VB5101阀支架	1个	18050012
6	色谱数据工作站	1套	
7	M5101系统组织器	1台	31080009
8	AD适配器	1台	31030024
9	Supersil ODS25 μ m4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	
10	S5101自动进样器(选配)	1台	31090004
	P5102高压恒流泵(选配)		
11	M5102系统组织器(选配)	1台	31080010

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表 2-2 主要化学试剂、标准品清单

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	去离子水	18.2M Ω
3	冰醋酸	分析纯
4	马兜铃酸A	阿拉丁

表2-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量
5	离心机	3K-15	SIGMA

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL)、移液枪(0~1000μL, 0~5000μL)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、滤膜等若干。

2.3 实验方法

2.3.1 标准溶液配制

马兜铃酸 A 标准储备液(100μg/mL): 取马兜铃酸标准品约 5mg 置于 50mL 容量瓶中, 用甲醇定容。

马兜铃酸 A 标准工作液: 用流动相配制浓度分别为 1.0μg/mL、5.0μg/mL、10.0μg/mL、20.0μg/mL、50.0μg/mL 的马兜铃酸 A 标准工作液。

2.3.2 样品前处理

称取化妆品约 1.0g (精确至 0.0001g), 置于 50mL 离心管中, 精密加入甲醇 10mL, 超声提取 20min, 5000r/min 离心 15min 后, 上清液经 0.45μm 微孔滤膜过滤, 备用。

2.3.3 色谱条件

流动相: 甲醇:0.5%冰醋酸水溶液=70:30(V:V)

色谱柱: Supersil ODS2 5μm 4.6×200mm

流速: 1.0mL/min

检测波长: 315nm

进样量: 20μL

柱温: 30℃

2.4 实验结果

2.4.1 典型分离色谱图

进样分析浓度为 $20\mu\text{g/mL}$ 的马兜铃酸A标准工作液，使用2.3.3中的色谱条件，结果如下图所示。

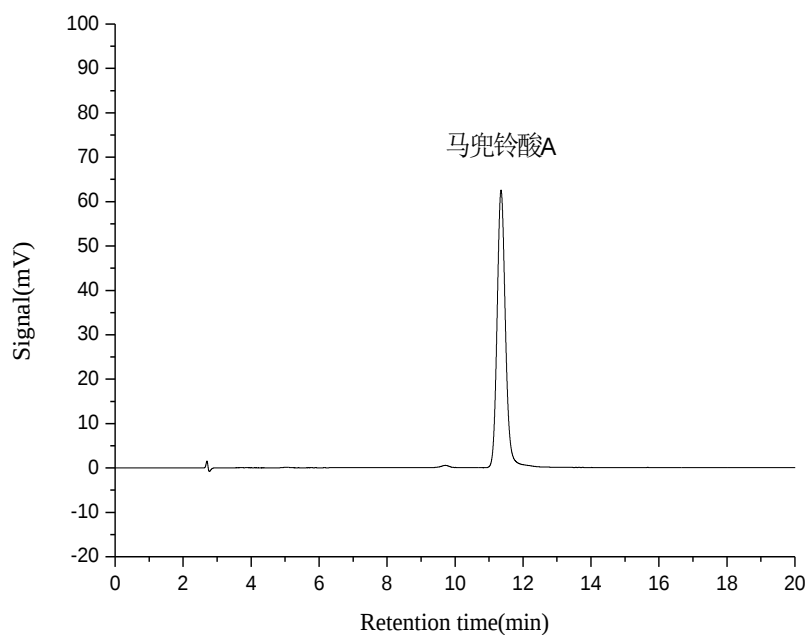


图2-4 马兜铃酸A标准溶液色谱图

表 2-4 色谱参数

物质	保留时间(min)	峰面积(mV.sec)	不对称度	塔板数(N/m)
马兜铃酸A	11.35	1039.77	1.18	43600

从以上结果可知，马兜铃酸 A 分析速度快，不对称度好，柱效高，故该方法适合于马兜铃酸 A 的分析。

2.4.2 线性与检出限

将马兜铃酸 A 标准工作溶液，按 2.3.3 中色谱条件进行分析，马兜铃酸的线性方程及检出限如下表所示。

表 2-5 线性方程

物质	线性方程	线性相关系数 R
马兜铃酸 A	$y = 53.7433x - 18.1652$	0.9999

从上表可知，马兜铃酸A浓度在1.0 μ g/mL到50 μ g/mL线性范围内线性相关系数大于0.999。

以 3 倍信噪比对应的浓度换算为仪器的检出限，以 10 倍信噪比对应的浓度为仪器的定量限，结果如下表所示。

表2-6 检出限对比

	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	GB/T 35849-2018 检出 限(mg/kg)	GB/T 35949-2018 定量 限(mg/kg)
马兜铃酸 A	0.29	0.96	0.30	1.00

从以上结果可知，本系统的马兜铃酸A检测的灵敏度符合国标中的要求，即符合检测要求。

2.4.3 方法准确性与重复性

在添加浓度5.0 μ g/mL~20.0 μ g/mL的浓度范围内，测得回收率82.3%~90.6%，相对标准偏差为1.3%~2.9%。

表 2-7 化妆品中马兜铃酸 A 方法准确性与重复性结果

加标浓度(μ g/mL)	平行样品	实测值 (μ g/mL)	加标回收率(%)	重复性(RSD%)
5.0	1	4.36	87.1	2.9
	2	4.19	83.8	
	3	4.12	82.3	
20.0	1	18.13	90.6	1.3
	2	17.68	88.4	
	3	18.07	90.4	

2.4.4 实际样品

市场购化妆品，按本文中提到的方法进行了分析，结果如下所示。

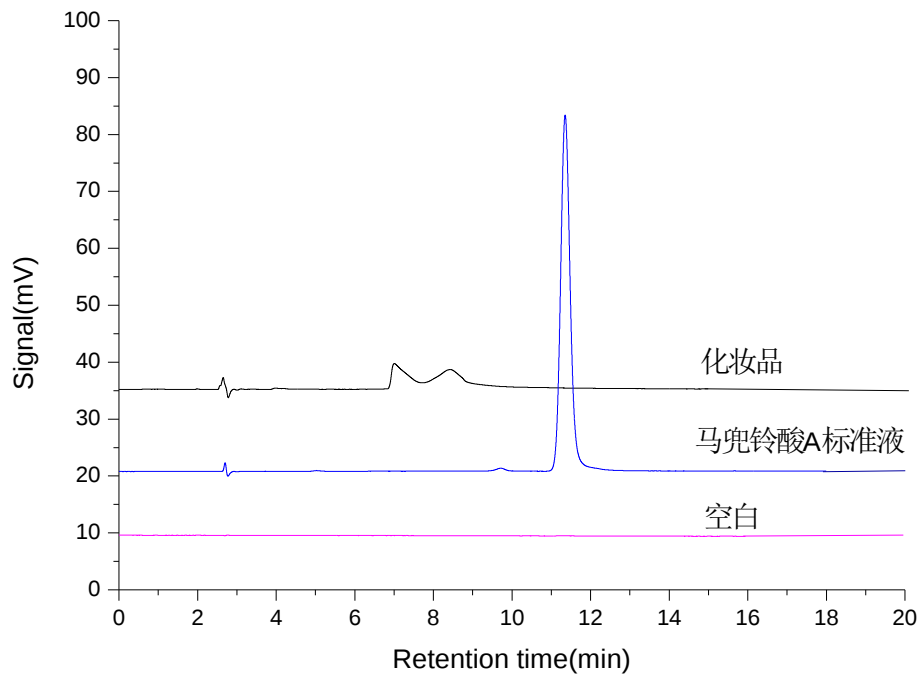


图 2-5 实际样品谱图

表 2-7 实际样品

马兜铃酸 A	浓度(mg/L)	含量(mg/kg)
化妆品	未检出	未检出

2.5 参考文献

[1]GB/T 35949-2018 《化妆品中禁用物质米马兜铃酸 A 的测定高效液相色谱法》。

第3章 化妆品中马来酸二乙酯的检测

3.1 前言

马来酸二乙酯，别名失水苹果酸乙酯、分子式 $C_8H_{12}O_4$ ，主要用作塑料的增塑剂，也用于有机酸的合成，对皮肤和眼睛有轻微的刺激作用。我国《化妆品卫生规范》（2007 版）规定马来酸二乙酯为 1286 种禁用物质之一。

马来酸二乙酯主要在防晒霜、香水、花露水、指甲油等化妆品中存在，在香水等产品中主要起到驻留香气的作用，在指甲油中起到防止断裂的作用。

3.2 样品预处理

称取试样 5.0g（精确至 1mg）于 25mL 比色管中，加入 20.0mL 乙腈，在涡旋混匀器上高速振荡 5min。然后在 60℃ 水浴中超声提取 30min，静置至室温，用乙腈定容至刻线，摇匀，过 0.45 μ m 滤膜，待测。

3.3 色谱条件

色谱柱：SinoChrom ODS-BP 5 μ m 4.6mm×250mm

流动相：乙腈:水=40:60

检测波长：220nm

流速：1.0mL/min

进样量：10 μ L

柱温：30℃

3.4 典型谱图

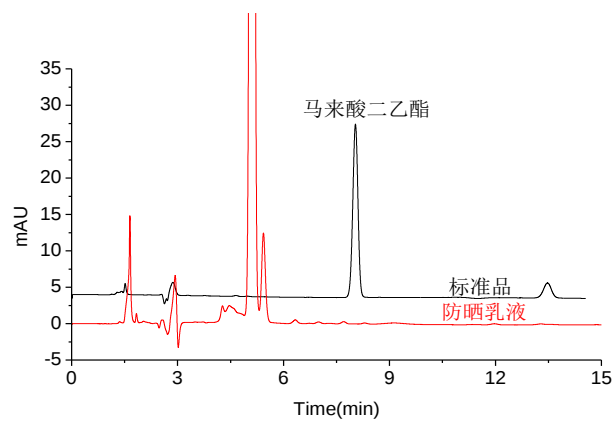


图 3-1 防晒乳液样品谱图

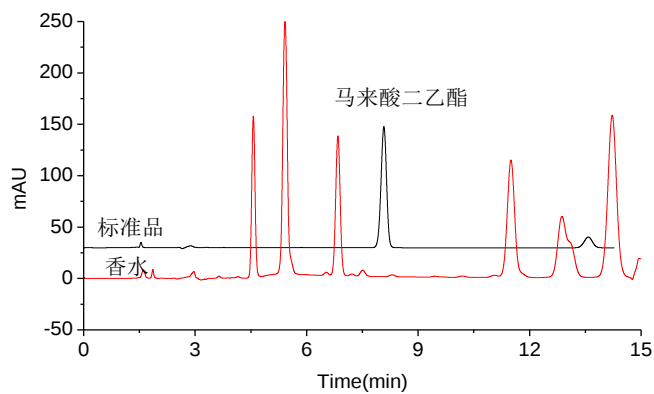


图 3-2 香水样品谱图

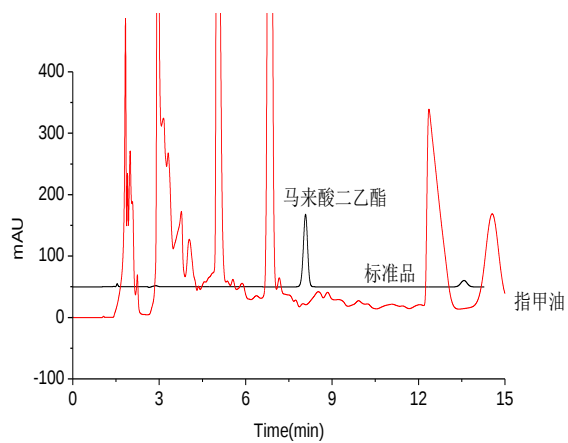


图 3-3 指甲油样品谱图

3.5 性能指标

3.5.1 连续进样重复性

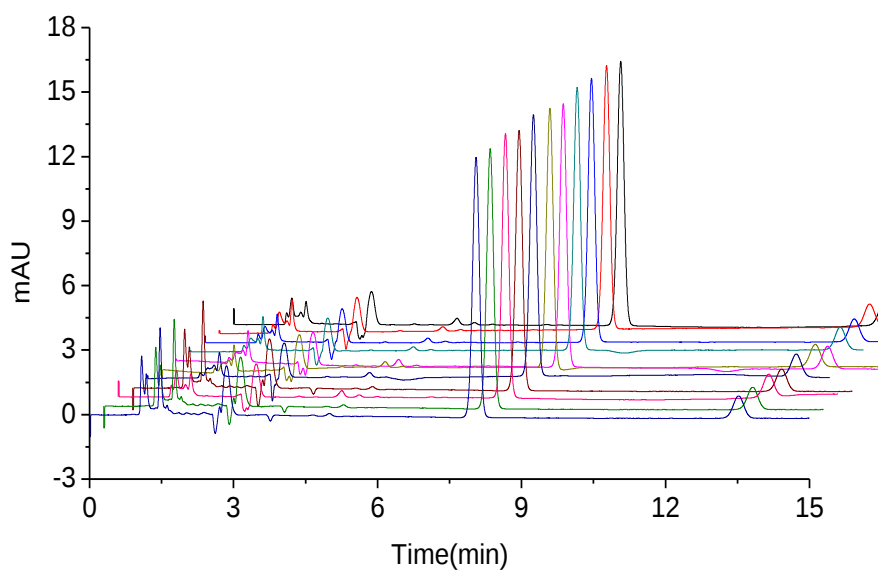


图 3-4 马来酸二乙酯标准品重复性谱图
(n=11, 峰面积 RSD=0.46%, 保留时间 RSD=0.16%)

3.5.2 线性范围

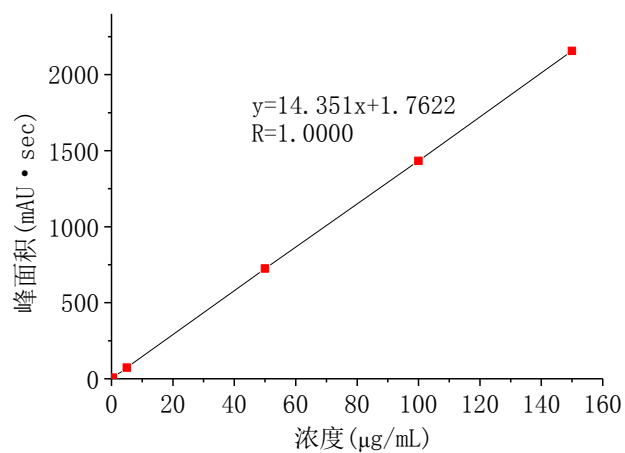


图 3-5 标准品浓度与峰面积线性关系图

3.5.3 最小检出浓度和最小定量浓度

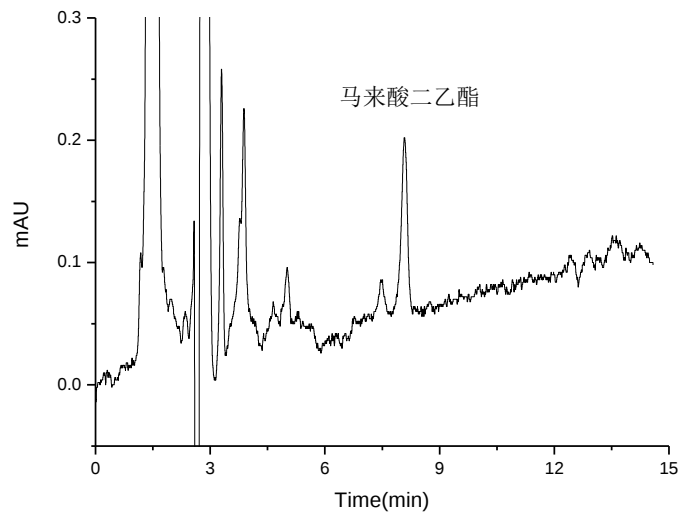


图 3-6 最小检出浓度谱图

以 3 倍信噪比峰高对应的浓度换算为方法检出限，以 10 倍信噪比峰高对应的浓度换算为方法定量限。

表 3-1 马来酸二乙酯方法检出限和定量限

	最小检出浓度($\mu\text{g/g}$)	最小定量浓度($\mu\text{g/g}$)
结果	0.4	0.8

3.5.4 方法的加标回收率

表 3-2 实际样品加标回收率

加标浓度($\mu\text{g/mL}$)	实测浓度($\mu\text{g/mL}$)	加标回收率
6.7	7.55	113%
13.4	14.70	110%
26.8	29.36	108%

第4章 化妆品中酮麝香的检测

4.1 前言

酮麝香，白色至黄色片状晶体，有优雅、浓郁的麝香香气、略带天然麝香香气的香韵，并伴有粉香香气，香气柔和，留香持久，是一种人造麝香，用于配制香精，调制化妆品用，主要用于淡香水、香水、乳液类化妆品中。

4.2 样品预处理

称取试样 0.25g，精确至 0.001g，置于 25mL 具塞比色管中，加入乙腈水溶液(80:20)20mL，涡旋 60s，分散均匀，超声提取 15min（控制水温在 20℃~25℃），用乙腈水溶液(80:20)定容至 25mL 刻度线，涡旋振荡摇匀，混液过 0.45μm 有机系滤膜，样品液避光并在 2~8℃ 储存。

4.3 色谱条件

色谱柱：SinoChrom ODS-BP 5μm 4.6mm×250mm

流动相：乙腈:水=80:20

检测波长：235nm

流速：1.0ml/min

进样量：20μL

柱温：25℃

4.4 典型谱图

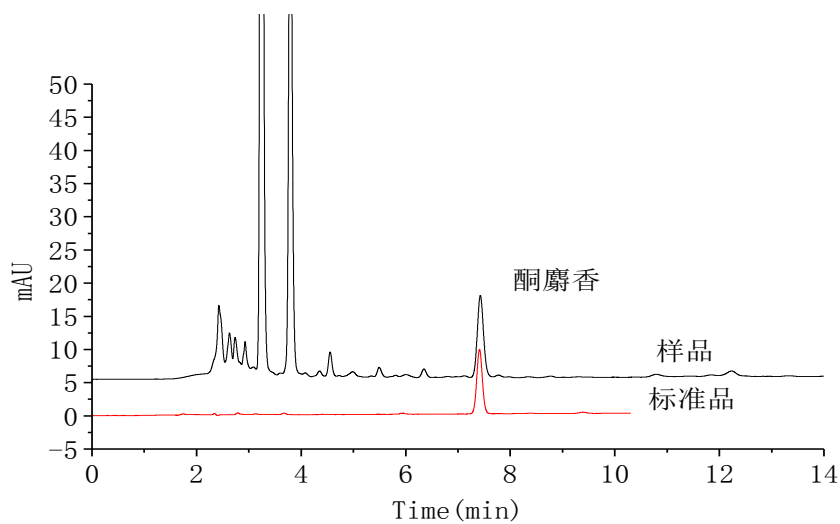


图 4-1 乳液样品谱图

4.5 性能指标

4.5.1 重复性

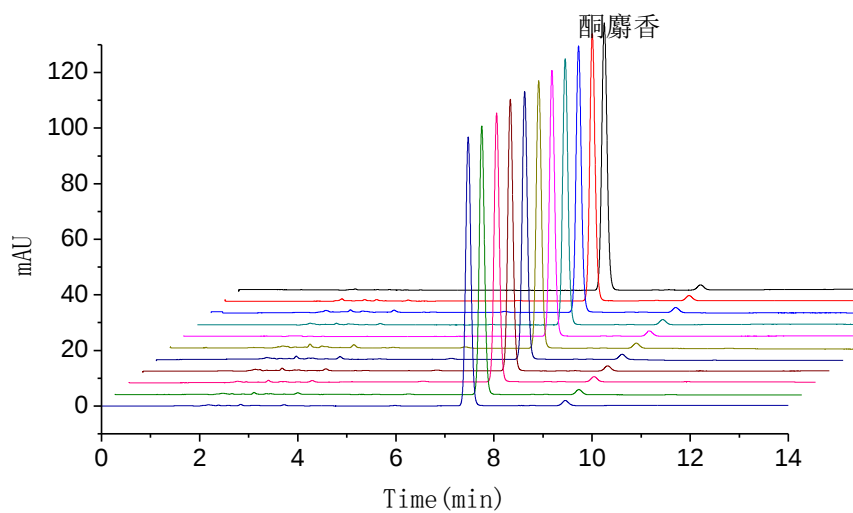


图 4-2 酮麝香标准品连续进样重复性谱图
(n=11, 峰面积 RSD=0.66%, 保留时间 RSD=0.24%)

4.5.2 线性范围

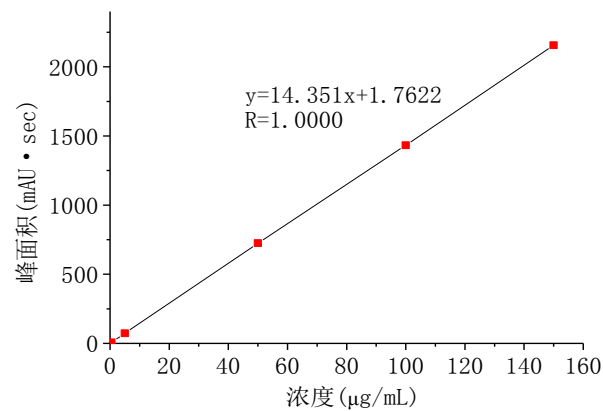


图 4-3 浓度与峰面积线性关系图

4.5.3 最小检出浓度

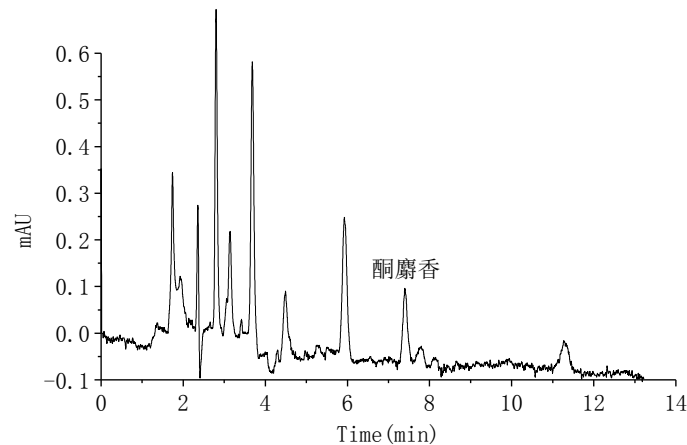


图 4-4 酮麝香最小检出浓度谱图

本方法最小检出浓度 5.0μg/g，最小定量浓度为 16.7μg/g。

4.5.4 实际样品加标回收率

表 4-1 实际样品加标回收率

酮麝香加标浓度(μg/mL)	回收率(%)
2.5	109.12%
5	101.23%
10	98.04%

第5章 化妆品中氯苯甘醚的检测

5.1 前言

氯苯甘醚，中文别名氯酚醚，对真菌和细菌具有广谱的抗菌作用，常常在化妆品中作为防腐剂使用，近年来在全球范围内屡有文献报道消费者因为使用含有氯苯甘醚的化妆品而引发皮炎。此方法主要应用于液体类、膏霜乳类、固体粉类化妆品中氯苯甘醚的检测。

5.2 样品预处理

称取样品约 0.5g（精确至 0.0001g）于 10mL 具塞比色管中，加入少量流动相，涡旋振摇 1min，补流动相至刻度，超声提取 30min，浑浊样品需高速离心，经 0.45 μ m 滤膜过滤，滤液作为待测样液备用。

5.3 色谱条件

色谱柱：SinoChrom ODS-BP 5 μ m 4.6mm $\times$ 250mm

流动相：甲醇:水=55:45

检测波长：280nm

流速：1.0ml/min

进样量：10 μ L

柱温：25 $^{\circ}$ C

5.4 典型谱图

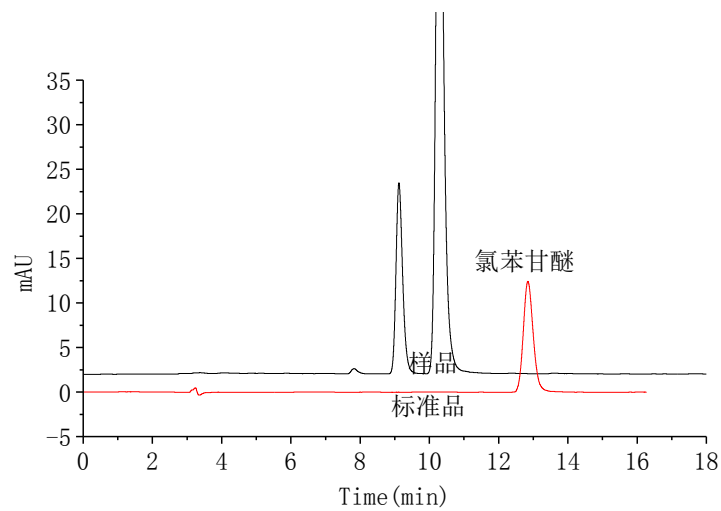


图 5-1 固体粉样品谱图

5.5 性能指标

5.5.1 连续进样重复性测试

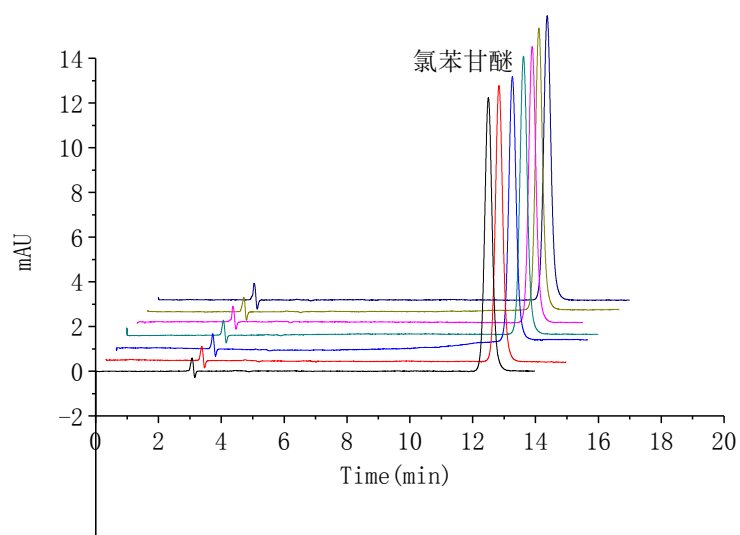


图 5-2 氯苯甘醚标准品连续进样重复性谱图
(n=7, 峰面积 RSD=0.80%, 保留时间 RSD=0.74%)

5.5.2 线性范围

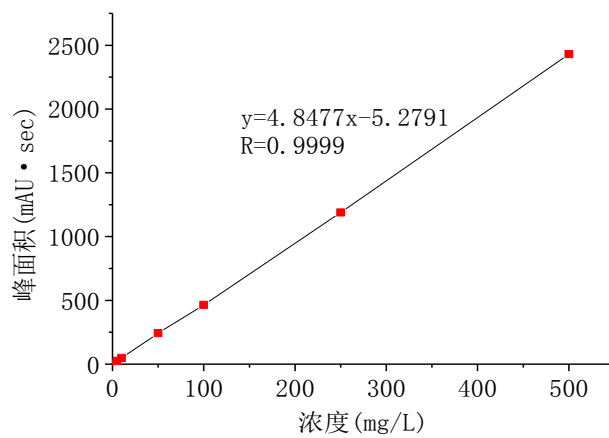


图 5-3 浓度与峰面积线性关系图

5.5.3 最小检出浓度

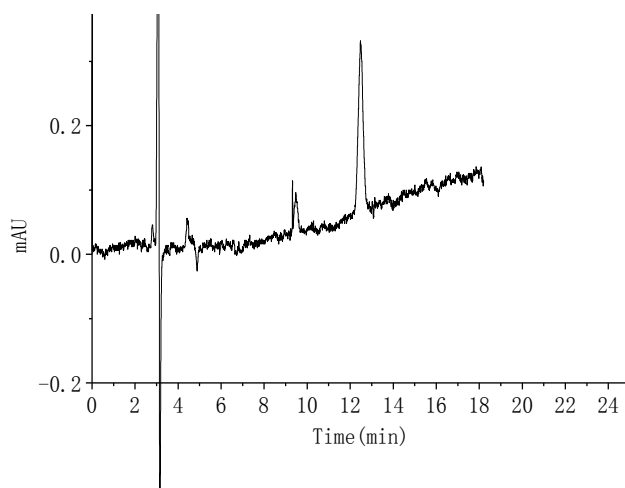


图 5-4 氯苯甘醚最小检出浓度谱图

本方法的最小检测浓度为 5.5 μ g/kg，最小定量浓度为 18 μ g/kg。

5.5.4 样品加标回收率

表 5-1 实际样品加标回收率

氯苯甘醚加标浓度(mg/L)	实测浓度(mg/L)	回收率(%)
5	4.44	88.71%
100	87.57	87.57%
250	222.99	89.20%

第6章 化妆品中氨基己酸的检测

6.1 前言

氨基己酸，又称 6-氨基己酸，一种常见的止血药，多用于外科手术出血，同时也是一种低毒物质，有一定的刺激性，有文献报道氨基己酸用药后曾出现低血压、心动过速、心律失常、心慌、呼吸困难、过敏性休克等不良反应。

目前我国尚未建立化妆品中氨基己酸的检测方法，鉴于我国化妆品法规的规定和氨基己酸可能引发的各种健康安全问题，应尽快建立化妆品中氨基己酸的检测方法并加强我国化妆品监督抽检，保证市售化妆品符合我国现行法规要求。

6.2 样品预处理

称取样品约 0.2g（精确至 0.001g）于 10mL 具塞比色管中，加入 0.5mL 饱和氯化钠溶液，旋涡振摇 1min，用流动相稀释至刻度，超声浸提 20min（浑浊样品需高速离心），经 0.45 μ m 滤膜过滤，滤液作为待测样液备用。

6.3 色谱条件

色谱柱：Hypersil GOLD aQ 5 μ m 4.6mm $\times$ 250mm

流动相：甲醇:0.15mol/L 磷酸二氢铵溶液（磷酸调节 pH 至 3.0）=2:98

检测波长：210nm

流速：1.0ml/min

进样量：20 μ L

柱温：25 $^{\circ}$ C

6.4 典型谱图

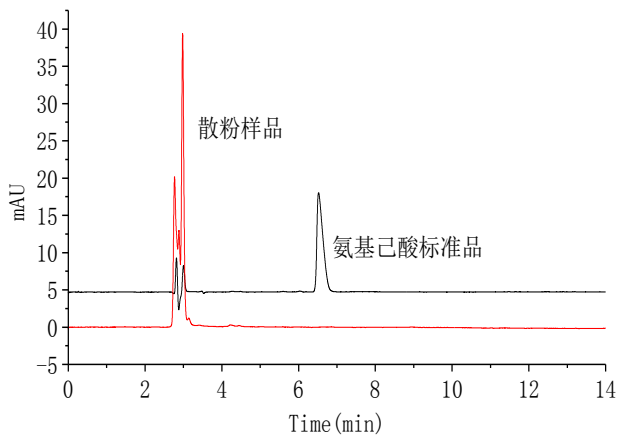


图 6-1 散粉样品谱图

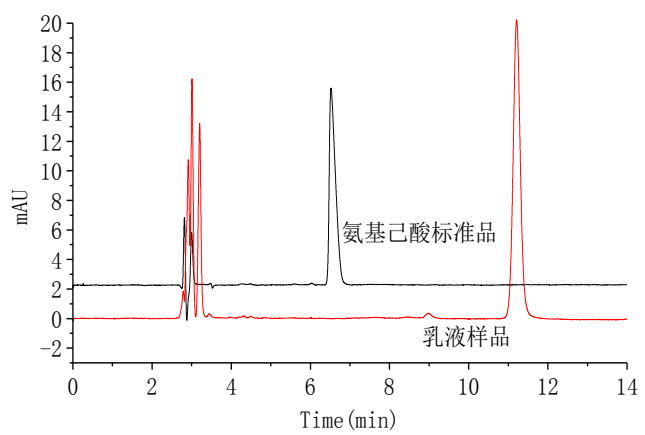


图 6-2 乳液样品谱图

6.5 最小检出浓度

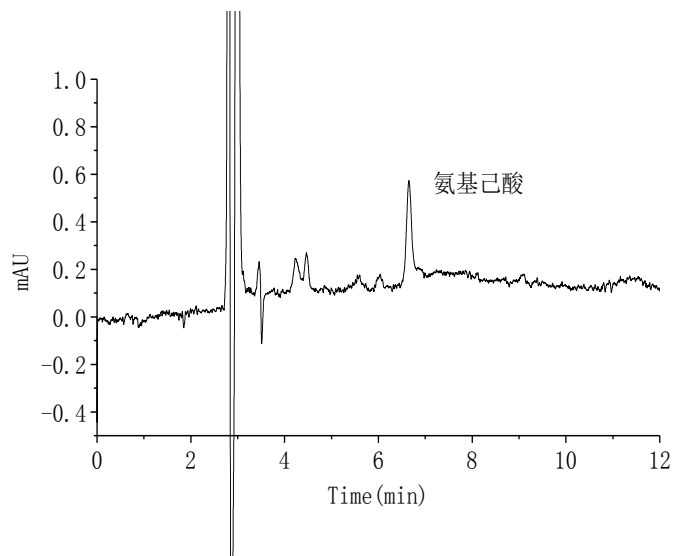


图 6-3 氨基己酸最小检出浓度谱图

本方法最小检出浓度为 $10.0\mu\text{g/g}$ ，最小定量浓度为 $33.3\mu\text{g/g}$ 。

第7章 化妆品中颜料橙等五种禁用着色剂的检测

7.1 前言

着色剂由于其功能性的作用，被广泛的应用于化妆品尤其是彩妆产品(如口红、胭脂、眼影、睫毛膏等)。化妆品中使用的着色剂多数是合成染料，长期或过量使用都会对人体健康产生潜在的危害，长期使用此类产品甚至可以诱发癌症。

目前对化妆品中常用和禁用着色剂的检测尚未形成完整和成熟的方法，非常不利于对化妆品市场的监管和管理。本方法旨在借助高效液相色谱法，建立化妆品中可能添加的色素类物质的检测方法。

7.2 样品预处理

唇膏类：称取 0.5g(精确至 0.001g)样品，置 10mL 具塞比色管中，加四氢呋喃与乙腈混合液(体积比 1:9)至刻度，摇匀，涡旋振荡使试样与提取溶剂充分混匀，超声提取 30min，放至室温，必要时，转移至 10mL 具塞塑料离心管中，以 10000rpm 离心 5min，上清液经 0.45 μ m 滤膜过滤，滤液作为试样溶液备用。

散粉类：称取 0.5g(精确至 0.001g)样品，置 10mL 具塞比色管中，加四氢呋喃、二甲基亚砷和乙腈混合液(体积比 1:1:8)至刻度，混匀，超声提取 30min，放至室温，上清液经 0.45 μ m 滤膜过滤，滤液作为试样溶液备用。

指甲油类：称取 0.5g(精确至 0.001g)样品，置 10mL 具塞比色管中，加 5~6mL 乙腈，混匀，超声提取 30min，放至室温，加乙腈稀释至刻度，摇匀，静置，必要时，转移至 10mL 具塞塑料离心管中，以 10000rpm 离心 5min，上清液经 0.45 μ m 滤膜过滤，滤液作为试样溶液备用。

7.3 色谱条件

色谱柱: SinoChrom ODS-BP 5 μ m 4.6mm $\times$ 250mm

流动相: A: 乙腈; B: 缓冲溶液(10mmol/L 四丁基氢氧化铵,10mmol/L 柠檬酸,用氨水调节至 pH 至 8.2)

检测波长: 416nm(酸性黄 36);

484nm(颜料橙 5、颜料红 53:1、苏丹红 II);

514nm(苏丹红IV)

流速: 1.0mL/min

进样量: 10 μ L

柱温: 30 $^{\circ}$ C

表 7-1 梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	35	65
2	35	65
8	80	20
10	80	20
14	100	0
20	100	0
28	100	0
31	35	65

7.4 典型谱图

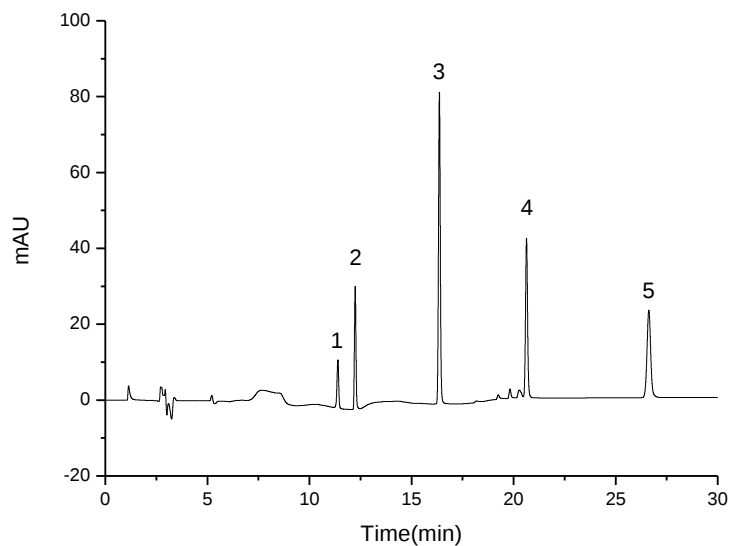


图 7-1 5 种着色剂标准品谱图
(酸性黄 36, 颜料橙 5, 颜料红 53:1, 苏丹红 II, 苏丹红 IV)

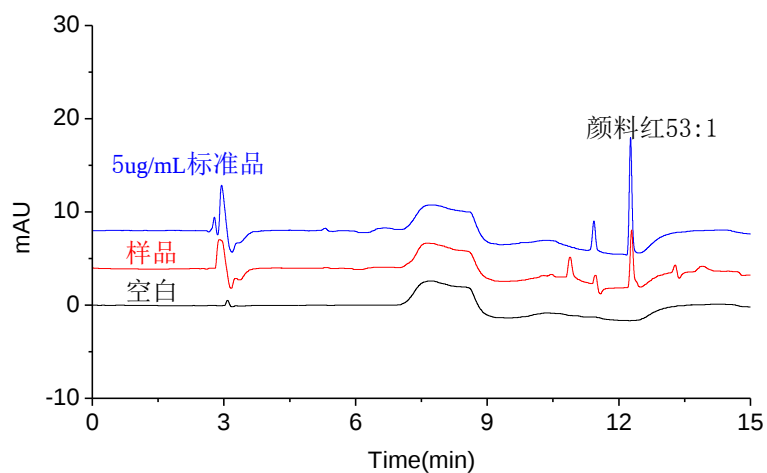


图 7-2 指甲油样品谱图(484nm)

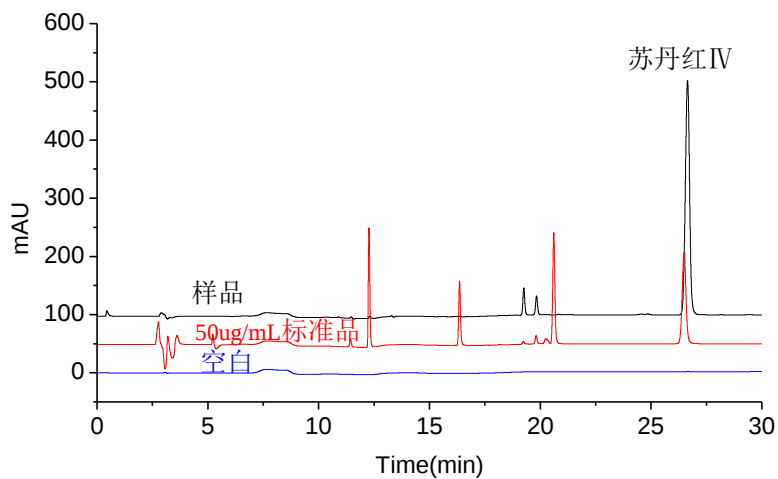


图 7-3 指甲油样品谱图(514nm)

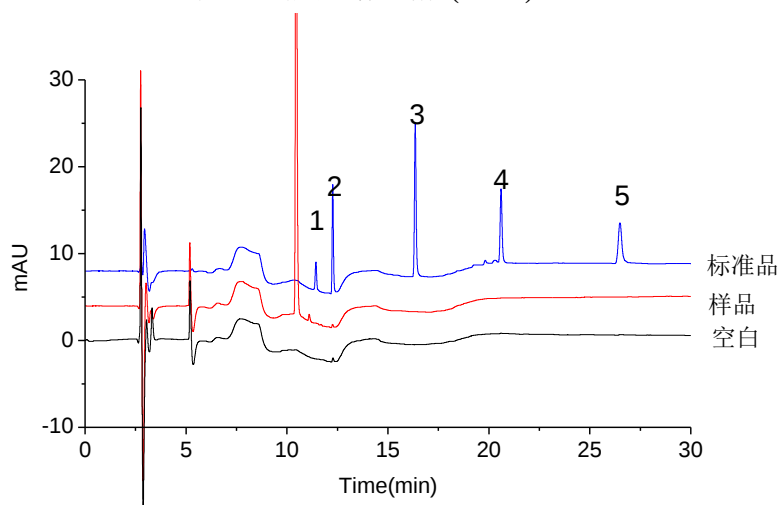


图 7-4 散粉样品谱图(484nm)

7.5 性能指标

7.5.1 连续进样重复性测试

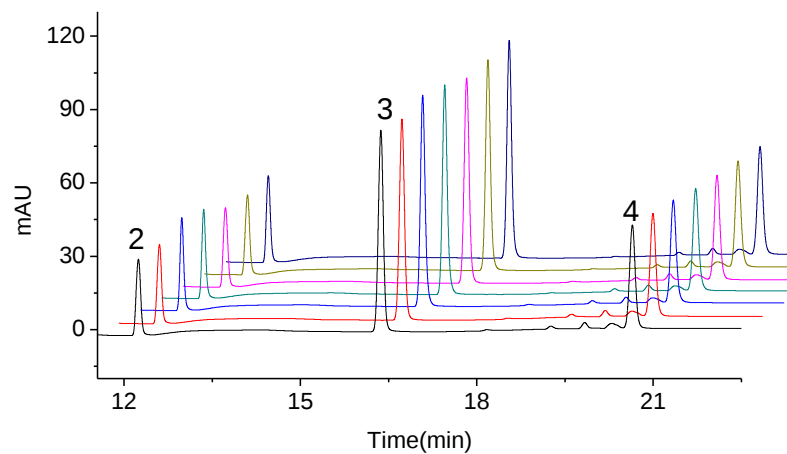


图 7-5 混合标准品重复性谱图
(484nm, n=7, 以 2 号峰为例, 峰面积 RSD=0.81%, 保留时间 RSD=0.11%)

7.5.2 线性范围

以颜料橙 5 为例。

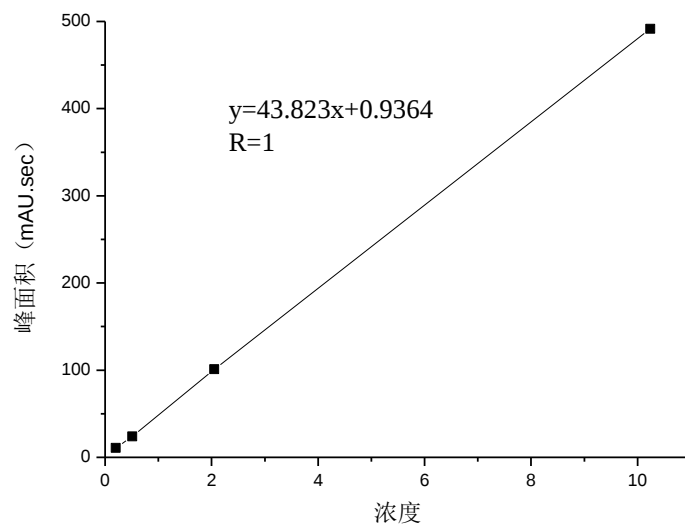


图 7-6 颜料橙 5 浓度与峰面积线性关系图(484nm)

7.5.3 最小检出浓度

表 7-2 最小检出浓度、最小定量浓度

	酸性黄36	颜料红53:1	颜料橙5	苏丹红 II	苏丹红 IV
检出浓度 (μg/g)	1.3	1.6	0.7	1.5	2.1
定量浓度 (μg/g)	4.5	4.8	2.6	5.3	7.2

7.5.4 加标回收率

表 7-3 实际样品加标回收率

加标浓度 (μg/mL)	酸性黄36	颜料红53:1	苏丹红 II
1.0	102%	111%	96%
2.0	99%	105%	98%
5.0	101%	104%	100%

第8章 化妆品中 9 种着色剂的检测

8.1 前言

本方法适用于胭脂、口红、粉底、指甲油、睫毛膏、眼影等修饰类化妆品中 9 种着色剂含量的测定。

8.2 样品预处理

准确称取试样 5.0g (精确至 1mg) 于 25mL 比色管中, 加入 1.0mL 四氢呋喃, 加入 20.0mL 甲醇, 在涡旋混匀器上高速振荡 5min, 在超声提取 30min 后, 放置至室温, 用甲醇定容, 摇匀, 过 0.45 μ m 滤膜, 待测。

8.3 色谱条件

色谱柱: Synchronis C18 5 μ m 4.6mm $\times$ 250mm

流动相: A: 甲醇; B: 乙酸铵溶液 (0.02mol/L): 称取 1.54g 乙酸铵, 加水至 1000mL, 溶解, 经 0.45 μ m 滤膜过滤 (pH=6.7)

检测波长: 溶剂绿为 245nm; 食品红 9、食品红 17、食品红 1、酸性红 87 为 520nm; 食品黄 3、酸性黄 1、橙黄 I、酸性橙 7 为 480nm。

流速: 1.0mL/min

进样量: 10 μ L

柱温: 30 $^{\circ}$ C

表 6.1 梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	5	95
7.5	30	70
15	30	70
25	80	20
30	80	20
30	5	95
31	5	95

8.4 典型谱图

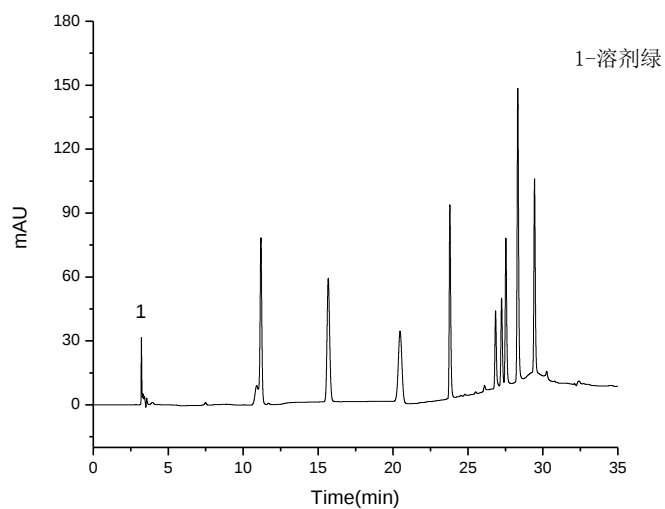


图 8-1 标准品谱图(245nm)

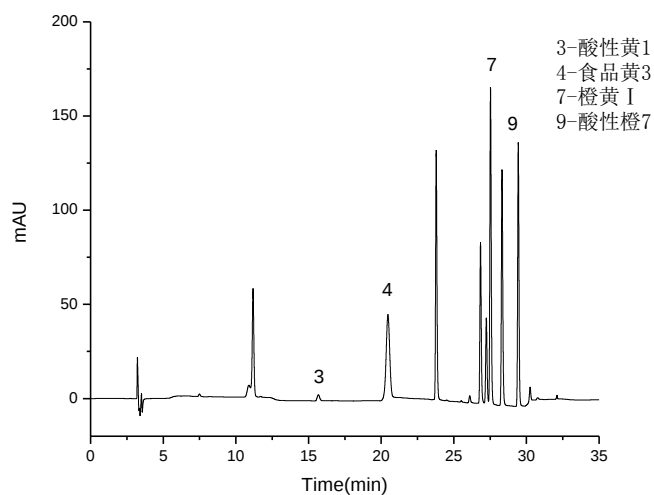


图 8-2 混合标准品谱图(480nm)

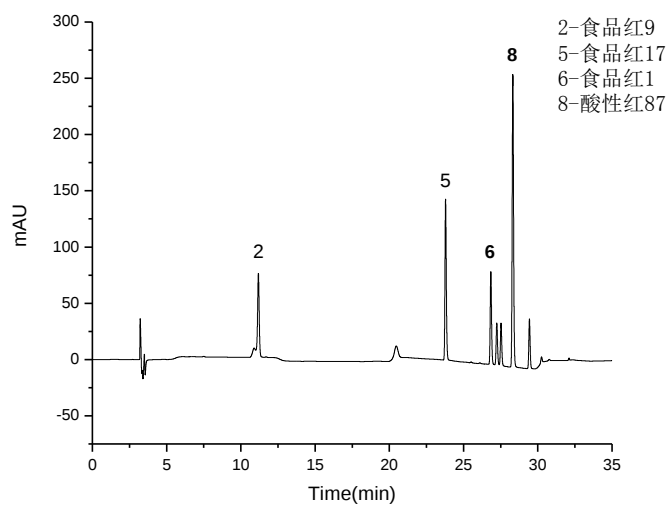


图 8-3 混合标准品谱图(520nm)

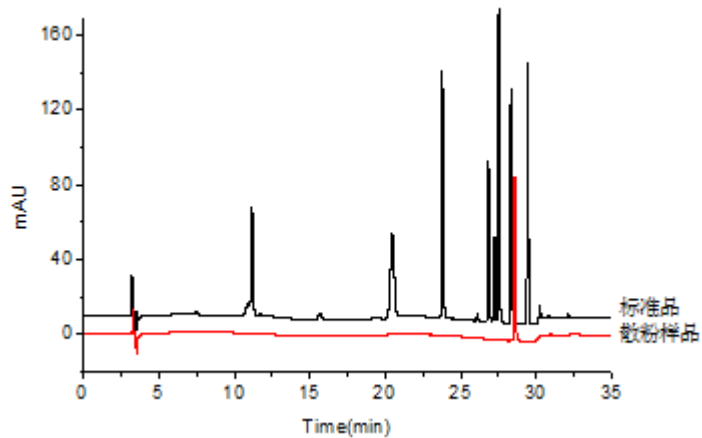


图 8-4 散粉样品谱图(480nm)

第9章 化妆品中苯并芘的检测

9.1 前言

苯并芘又称苯并(a)芘或 3,4-苯并芘，英文缩写 BaP，是一种常见的有明显致癌作用的高活性间接致癌物，广泛存在于煤焦油、各类碳黑和煤、石油等燃烧产生的烟气、香烟烟雾、汽车尾气中，以及焦化、炼油、沥青、塑料等工业污水中。

9.2 样品预处理

称取化妆品试样 0.5g(精确到 0.001g)，置于 10mL 具塞刻度试管中，加入 9mL 甲醇，涡旋混匀，超声提取 30min，每隔 10min 取出用力振摇 15 秒，冷至室温，加甲醇至 10mL，混匀。5000rpm 离心 5min，取上层清液过 0.45 μ m 滤膜后备用。

9.3 色谱条件

色谱柱：SinoChrom ODS-BP 5 μ m 4.6 $\times$ 150mm

流动相：甲醇-水=90:10

波长：激发 370nm，发射 406nm

流速：1.0mL/min

进样量：20 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

9.4 典型谱图

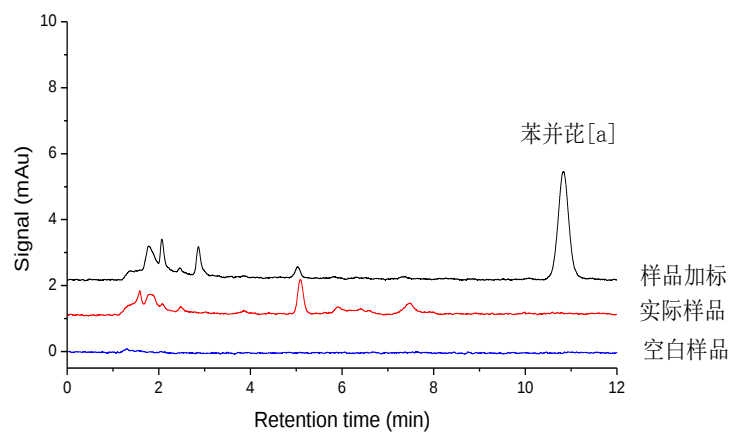


图 9-1 乳液样品加标谱图

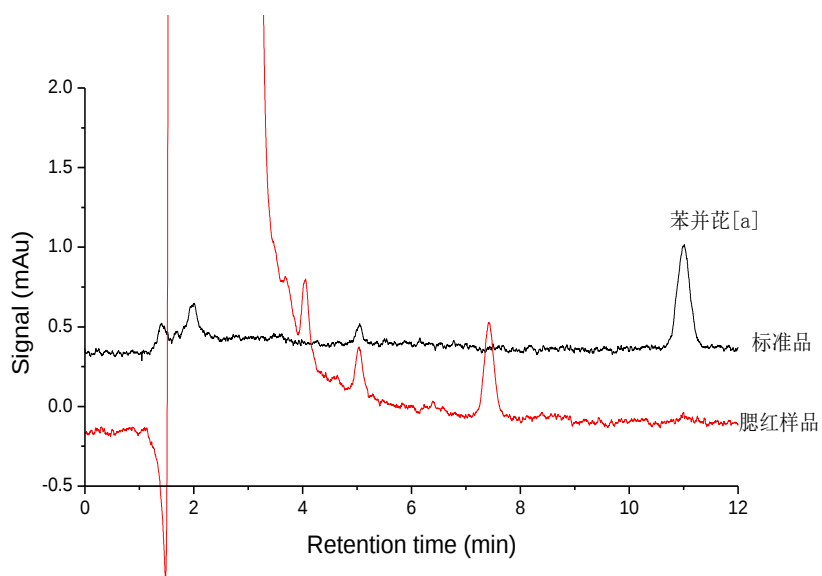


图 9-2 腮红(粉类化妆品)谱图

9.5 性能指标

9.5.1 连续进样重复性测试

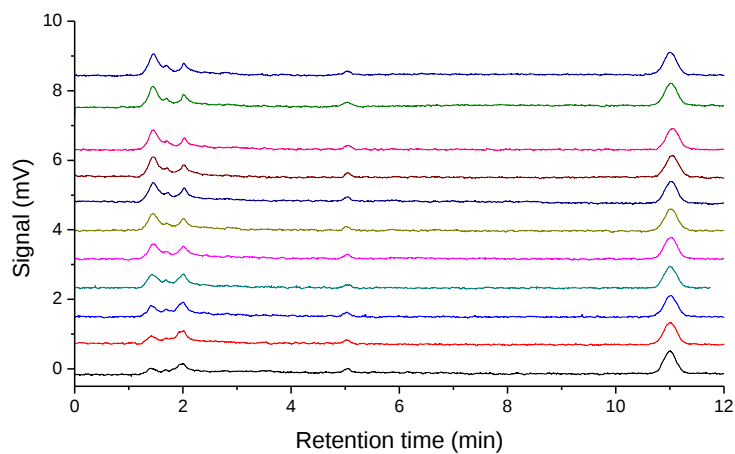


图 9-3 苯并芘标准品进样重复性谱图(n=11)

因进样浓度属于痕量分析，峰面积和保留时间的 RSD 分别为 4.5%和 0.53%，所以峰面积和保留时间的重复性均符合要求，进样重复性良好。

9.5.2 线性范围

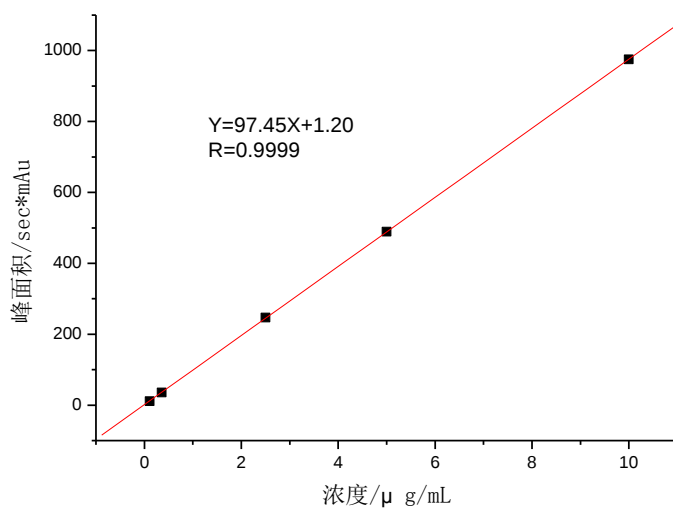


图 9-4 苯并芘[a]浓度与峰面积关系

9.5.3 最小检出浓度

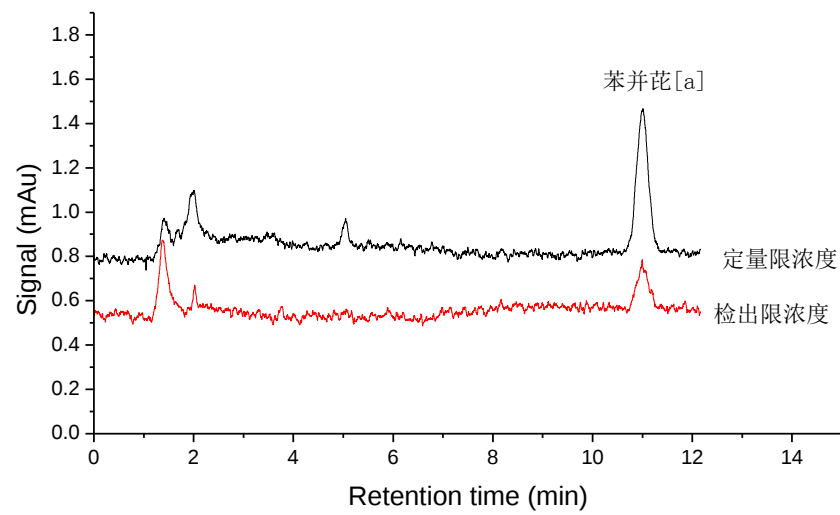


图 9-5 检出限及定量限叠加谱图

表 9-1 检出限及定量限叠数据

	苯并芘
检出限 (μg/kg)	0.033
定量限 (μg/kg)	0.11

9.5.4 加标回收率

表 9-2 实际样品加标回收率

平行样品	加标浓度(μg/L)	实测浓度(μg/L)	测定加标浓度(μg/L)	加标回收率 (%)
1	0.11	0.092	0.092	83.6
2	2.50	2.610	2.610	104.4
5	10.00	9.770	9.770	97.7

第10章 化妆品中禁-限用物质检测的仪器配置

10.1 主要前处理设备

恒温超声波水浴、隔膜真空泵、溶剂过滤器、万分之一分析天平、涡旋混合器、离心机。

10.2 推荐配置

表 10-1 EClassical 3100 二元高压梯度系统配置

序号	名称	数量
1	P3100高压恒流泵	2台
2	UV3100紫外-可见检测器	1台
3	TP3100溶剂瓶托盘	1台
4	色谱数据工作站	1套
5	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1只
6	ZJ-1阀支架	1个
7	TD-1-15型梯度混合器	1个
8	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 200mm色谱柱	1支
9	EClassical 3100系统工具包	1套
10	500mL溶剂瓶（无色）	2只

表 10-2 iChrom 5100 二元高压梯度系统配置

序号	名称	数量
1	P5102二元高压恒流泵	1台
2	D5101紫外-可见波长检测器	1台
3	M5101系统组织器	1台
4	色谱数据工作站	1套
5	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1只
6	VB5101阀支架	1个
7	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 200mm色谱柱	1支
8	iChrom 5100系统工具包	1套
9	500mL溶剂瓶（无色）	2只

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房
电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610
电话：18842681865