

气相色谱法测定化妆品中壬二酸含量

GC-205

摘要： 本文使用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了化妆品中壬二酸含量的检测方法。在 10~1000 mg/L 浓度范围内，壬二酸衍生物的线性相关系数为 0.9990。取浓度为 20 mg/L 壬二酸衍生物标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD 值小于 2%。加标回收率实验，加标浓度分别为 50、500 和 5000 mg/kg，回收率在 69.9%-97.0% 之间，完全满足检测的要求。

关键词： 气相色谱法 化妆品 壬二酸

壬二酸又称杜鹃花酸，是从卵圆形糠秕孢子菌培养液中分离出的直链二元酸。壬二酸可以有效抑制皮肤上的痤疮杆菌和阻断脂肪酸的形成，能够有效抑制和色素的形成，所以壬二酸广泛应用于美白类和祛痘类产品中。

近年来，由于其疗效显著并且很少伴有副作用，壬二酸在皮肤保护和皮肤病治疗类化妆品中的应用越

来越广泛。2021 年 6 月，国家市场监督管理总局发布了《GB/T 40845-2021 化妆品中壬二酸的检测 气相色谱法》。本文参考 GB/T 40845-2021，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了化妆品壬二酸含量的检测方法，该方法线性、重复性、检出限等均满足日常检测的要求，可为化妆品中壬二酸含量的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5, 30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱温程序：80°C (2 min)_20°C /min_250°C (6 min)
载气：氮气
载气控制模式：恒线速度
线速度：35.3 cm/sec
进样口温度：260°C
进样方式：分流进样

分流比：5:1
进样量：1 μL
检测器：FID 检测器
检测器温度：280°C
氢气流量：40 mL/min
空气流量：400 mL/min
尾吹气流量：30 mL/min

■ 样品前处理

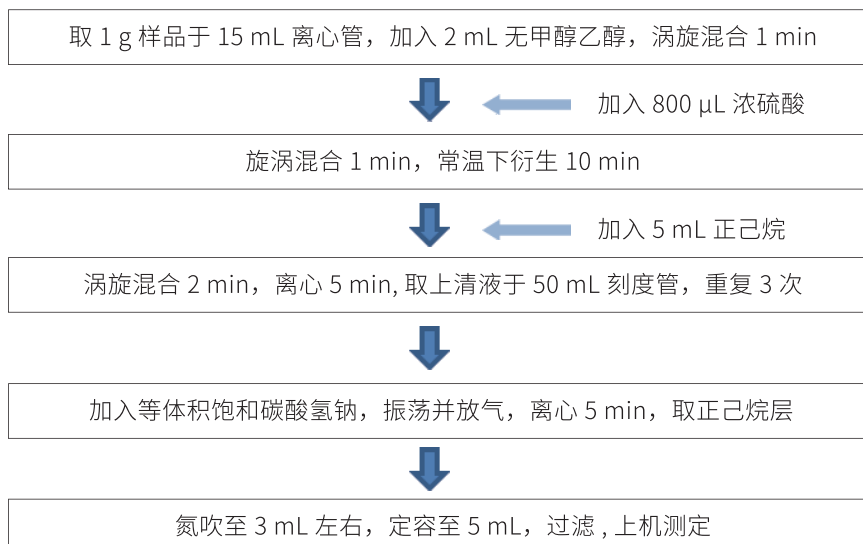


图 1 样品前处理流程图

注：实际分析时，若被测组分含量较高，可用正己烷将试样液稀释后再测定，以满足检测要求。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

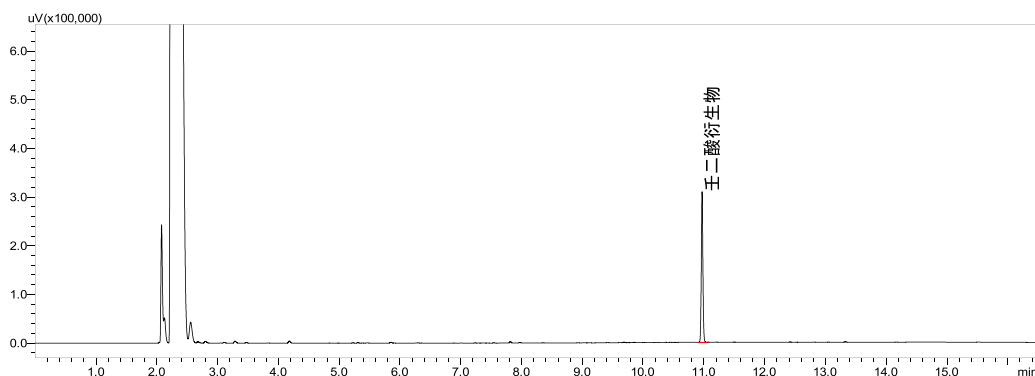


图2 壬二酸衍生物标准溶液色谱图 (浓度 200 mg/L)

表1 化合物信息

| No. | 化合物名称 | 英文名称 | CAS号 | 检测目标物 | 保留时间 (min) |
|-----|-------|--------------|----------|--------|------------|
| 1 | 壬二酸 | Azelaic acid | 123-99-9 | 壬二酸衍生物 | 10.950 |

3.2 标准曲线及检出限

取浓度为 10000 mg/L 壬二酸标准储备液。用乙醇配制系列浓度为 50、100、250、500、1000、2500、5000 mg/L 的壬二酸标准溶液。

准确吸取不同浓度壬二酸标准溶液各 1 mL, 分别置于 15 mL 离心管, 按照样品处理方法进行衍生、萃取、氮吹、定容至 5 mL。衍生后, 壬二酸衍生物标准曲线浓度为 10、20、50、100、200、500、1000 mg/L。上机测试后, 得到壬二酸衍生物标准曲线见下图。取浓度为 10 mg/L 壬二酸衍生物标准液色谱峰, 以 3 倍信噪比计算检出限, 标准曲线信息及仪器检出限结果见表 2。

结果显示, 壬二酸衍生物在 10~1000 mg/L 浓度范围内, 相关系数 R 为 0.9990, 线性良好, 检出限为 1.98 mg/L。

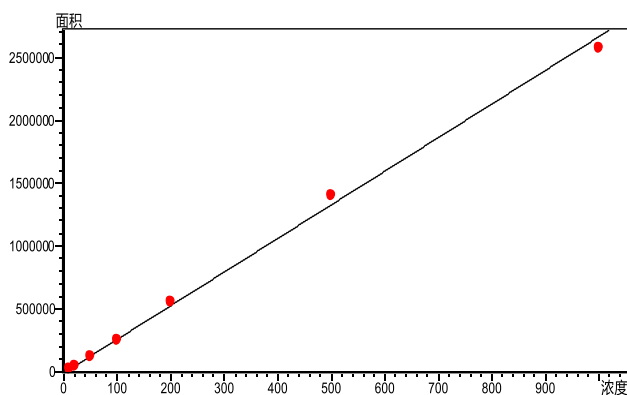


图3 化合物标准曲线

表2 标准曲线信息及仪器检出限

| No. | 名称 | 相关系数 R | 检出限 (mg/L) |
|-----|--------|--------|------------|
| 1 | 壬二酸衍生物 | 0.9990 | 1.98 |

3.3 重复性测试

取浓度为 20 mg/L 壬二酸衍生物标准溶液连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

| No. | 名称 | 峰面积 | | | | | | RSD(%) |
|-----|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| 1 | 壬二酸衍生物 | 20941 | 21388 | 20758 | 20811 | 21363 | 21205 | 1.3 |

3.4 回收率测试

取空白样品进行加标实验，加标浓度分别为 50、500 和 5000 mg/kg，平行 3 份，按前述前处理后，上机测定。回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果 (n=3)

| No. | 加标浓度 (mg/kg) | 回收率 1 (%) | 回收率 2 (%) | 回收率 3 (%) | 平均回收率 (%) | RSD (%) |
|-----|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|---------|
| 1 | 50 | 98.0 | 95.2 | 97.8 | 97.0 | 1.6 |
| 2 | 500 | 78.0 | 76.0 | 76.9 | 80.0 | 1.3 |
| 3 | 5000 | 70.1 | 70.4 | 69.2 | 69.9 | 0.9 |

3.5 样品检测

对市售某品牌化妆品样品，按前述前处理后上机测定，该样品色谱图见图 4，该样品中壬二酸含量为 9.8%。

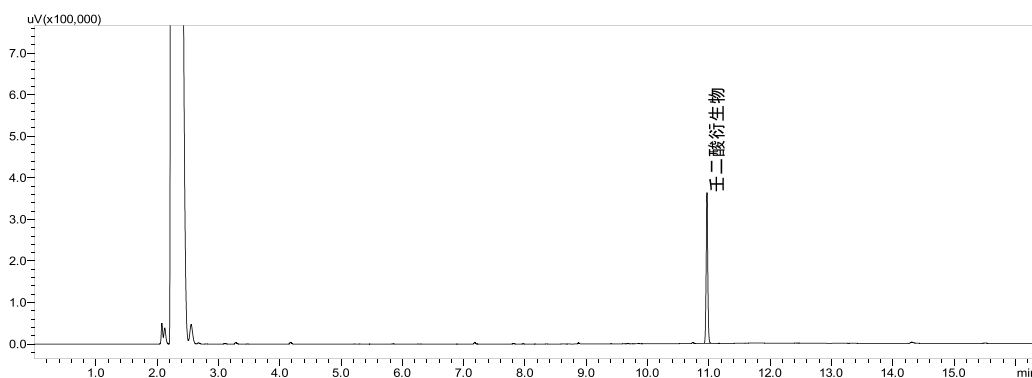


图 4 某化妆品样品色谱图

■ 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Pro 建立了化妆品中壬二酸含量的检测方法。在 10~1000 mg/L 浓度范围内，壬二酸衍生物相关系数为 0.9990，线性良好。取浓度 20 mg/L 壬二酸衍生物标准溶液连续测定 6 针，峰面积 RSD 小于 2%，重复性良好。加标试验中，加标浓度分别为 50、500 和 5000 mg/kg，回收率在 69.9%-97.0% 之间。该方法可为化妆品中壬二酸含量的测定提供参考。

岛津应用云

