超快速液相色谱法测定化妆品中巴比妥类药物的含量

LC-100

摘要：本文建立了一种使用岛津超快速液相色谱 UFLCXR 测定化妆品中巴比妥类药物的方法。前处理采用超声提取，样品处理简单，快速。使用二元高压梯度系统在 6 min 内实现快速分析。实验结果表明：4 种巴比妥类药物的线性范围 0.5 ~ 50 mg/L，相关系数大于 0.9998；0.5、5 和 50 mg/L 三个浓度标样 7 次连续进样的保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.01~ 0.53% 和 0.04 ~2.54% 之间，仪器精密度良好。本方法可用于化妆品中巴比妥类药物的定性定量检测。

关键词：化妆品 UFLCXR 巴比妥类药物

巴比妥类药物是常用的镇静剂和催眠剂。按其作用时间长短分为 4 类。①长效类：包括巴比妥和苯巴比妥，作用时间 6 ~ 8 小时。②中效类：包括异戊巴比妥，作用时间 3 ~ 6 小时。③短效类：包括司可巴比妥酸钠（速可眠），作用时间 2 ~ 3 小时。本类药物易自肠道吸收，在体内可分布于一切组织和体液中，脂溶性高者（如速可眠）容易进入脑组织，因之产生作用快，脂溶性低者（苯巴比妥）则产生作用慢。一部分在肝内被氧化破坏，所形成的氧化物或以游离状态与葡萄糖醛酸结合，引起巴比妥类药物中毒。

化妆品中可能会有糖皮质激素、性激素、抗生素类非法药物添加。巴比妥类药物，如苯巴比妥为肝酶诱导剂，可以加速以上药物的代谢和排泄。在化妆品这类快速消费品种添加巴比妥类药物，可能会使非法添加成分加速代谢而逃避法规监测。欧盟化妆品新法规 (EC) No 1223/20092 以及中国化妆品卫生规范（2007 版）规定了巴比妥类为化妆品禁用物质。《SNT 2108–2008 进出口化妆品中巴比妥类的测定方法》规定：巴比妥、苯巴比妥的测定低限为 0.001%；异戊巴比妥的测定低限为 0.002%；司可巴比妥酸钠（速可眠）的测定低限为 0.005%。本文使用岛津超快速液相色谱仪开发了化妆品中的四种巴比妥类药物含量的检测方法，检测限和定量限均低于标准要求，可供相关检测人员参考。

实验条件

1.1 仪器

本实验使用 UFLCXR 二元高压梯度系统。配置为：LC–20ADXR × 2 输液泵，DGU–20A5R 在线脱气机，SIL–20ACXR 自动进样器，CTO–20AC 柱温箱，SPD–M20A 二极管阵列检测器，CBM–20A 系统控制器，LabSolutions Ver. 5.50 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim–pack XR–ODS II 3.0 × 75 mm

流动相：A – 水；B – 乙腈

流速：1.0 mL/min

进样体积：5 μL

柱温：45℃

检测波长：210 nm

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 30%，时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.50	Pumps	Pump B Conc.	58
2.10	Pumps	Pump B Conc.	58
3.00	Pumps	Pump B Conc.	30
6.00	Controller	Stop	

1.3 样品制备

标准溶液配制：用乙腈配制 1000 mg/L 巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥酸钠标准储备液。用乙腈将标准储备液稀释成 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 和 50.0 mg/L 不同浓度的工作液。

样品前处理方法：称取化妆品试样 0.5 g，置于 50 mL 具塞锥形瓶中，加入 5 mL 乙腈，超声提取 20 min，转移提取液至 10 mL 容量瓶中，乙腈定容，混匀。取部分溶液至离心管中，5000 r/min 离心 10 min。取上清液过滤后，供液相色谱测定。

实验结果

2.1 标准样品的色谱图

混合标准样品的色谱如图 1 所示，巴比妥保留时间为 0.650 min；苯巴比妥保留时间为 1.150 min；异戊巴比妥保留时间为 1.686 min；司可巴比妥酸钠保留时间为 1.842 min。

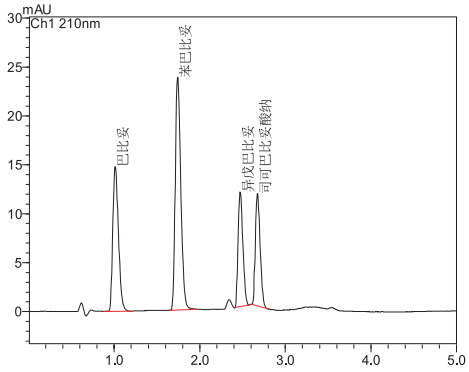

图 1 1 mg/L 标准溶液的色谱图

2.2 线性关系

将 7 个不同浓度的标准工作液，按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，建立校准曲线，如图 2 至图 5 所示。线性方程、相关系数见表 2。

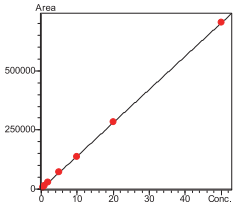

图 2 巴比妥标准工作曲线

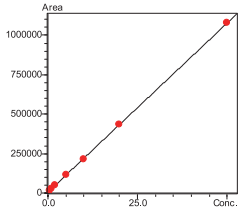

图 3 苯巴比妥标准工作曲线

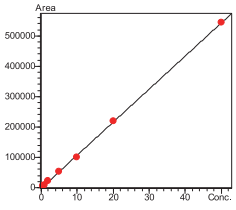

图 4 异戊巴比妥标准工作曲线

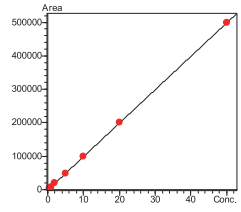

图 5 速可眠标准工作曲线

表 2 标准曲线线性方程及相关系数

化合物	线性方程	相关系数
巴比妥	Y=14065.0X-461.6	0.9999
苯巴比妥	Y=21416.7X-6174.4	0.9999
异戊巴比妥	Y=10890.8X-1936	0.9998
速可眠	Y=9986.9X-800.6	0.9999

2.3 检出限和定量限

0.5 mg/L 的标样色谱图如图 6 所示，按照 ASTM 计算信噪比，以 3 倍信噪比为检测限，10 倍信噪比为定量限计算得到 4 种巴比妥类药物的检出限及定量限信息如表 3 所示。

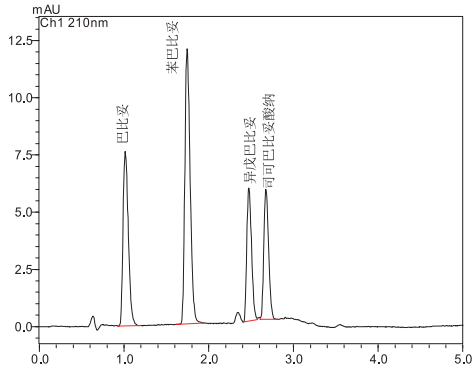

图 6 0.5 mg/L 标准溶液的色谱图

表 3 巴比妥类药物的信噪比、检出限及定量限

化合物	1	2	3	4
信噪比	24.15	72.75	29.56	28.28
检出限(mg/L)	0.06	0.02	0.05	0.05
定量限(mg/L)	0.2	0.07	0.2	0.2

注 :1，巴比妥；2，苯巴比妥；3，异戊巴比妥；4，速可眠

2.4 精密度实验

取标准工作液中 0.5、2.0 和 20 mg/L 三个浓度，分别平行进样 7 次，4 种目标化合物的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.01~ 0.53% 和 0.04 ~2.54% 之间，仪器精密度良好。

表 4 巴比妥保留时间和峰面积重复性结果 (n=7)

浓度 (mg/L)	保留时间RSD%				峰面积RSD%			
	1	2	3	4	1	2	3	4
0.5	0.53	0.16	0.13	0.13	2.54	2.24	0.83	1.65
5.0	0.23	0.13	0.14	0.14	0.41	0.60	0.20	0.73
20	0.34	0.15	0.01	0.09	0.09	0.08	0.04	0.08

注 :1，巴比妥；2，苯巴比妥；3，异戊巴比妥；4，速可眠

2.5 基质加标实验

按照 1.3 中样品制备方法，在男士洗面奶样品中添加标样，加标含量为 10 mg/kg。按照 1.3 样品前处理方法制备样品，上机测试得到男士洗面奶样品的色谱图如图 7 所示，男士洗面奶加标样品的色谱图如图 8 所示。男士洗面奶中检出巴比妥类物质，加标回收率如表 5 所示。

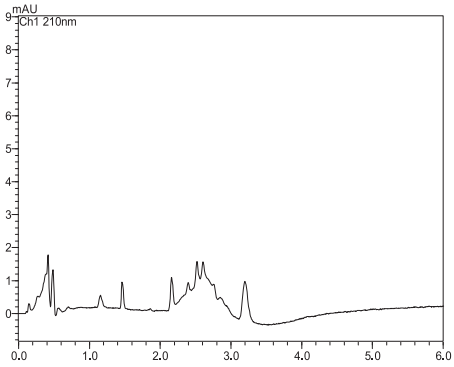

图 7 男士洗面奶样品的色谱图

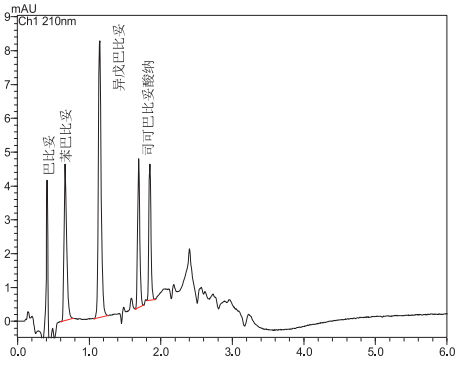

图 8 男士洗面奶加标样品的色谱图

表 5 男士洗面奶样品加标回收率结果

化合物	1	2	3	4
样品(mg/kg)	--	--	--	--
加标样品(mg/kg)	8.97	8.83	10.29	9.09
回收率%	89.7	88.3	102.9	90.9

注 :1，巴比妥；2，苯巴比妥；3，异戊巴比妥；4，速可眠

实验总结

本文使用岛津超快速效液相色谱仪 UFLCXR 建立了一种快速测定化妆品中巴比妥类药物的方法。前处理方法采用超声提取，样品处理简单，快速。使用二元高压梯度系统在 6 min 内实现快速分析。线性范围在 0.5~50.0 mg/L 范围内线性相关系数在 0.9998 以上。可用于化妆品中的巴比妥类药物的定性定量分析。