

岛津 NexeraLC-40 分析化妆品中西咪替丁成分

LC-194

摘要：本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，优化了化妆品中西咪替丁成分的测定方法。该方法分析时间短，目标物和其他组分色谱峰分离效果良好。采用 Nexera LC-40 的在线稀释功能，在 0.5~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，相关系数 r^2 大于 0.999；连续 8 针进样，保留时间和峰面积两者的 RSD 分别在 0.120%~0.349% 和 0.791%~1.727% 之间。在 0.5~10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 加标量下，西咪替丁的回收率分布在 93.86%~96.58% 之间。西咪替丁物质检出限 (LOD) 为 0.011 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量限 (LOQ) 为 0.036 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

关键词：Nexera LC-40 高效液相色谱仪 化妆品 西咪替丁

近年来，人们对化妆品的品质要求越来越高，国家也对化妆品的安全性要求更加严格。人们不仅追求大牌产品，还更加注重化妆品内所含有的成分是否安全。例如，在化妆品中的云母、矿物油、合成香料、二苯甲酮等都是有害物质，如果长期使用含有这些成分的化妆品，对于皮肤健康是不利的。化妆品安全性问题主要来源于：违规添加禁用物质或超范围使用限量物质；违规使用未经批准的原材料等。添加西咪替丁成分的化妆品对慢性荨麻疹、痤疮、女性多毛症等

有一定的治疗作用，但是长期使用会导致严重心肺疾病、严重肝肾功能不全、器质性脑病等副作用。本实验参照国家药监局发布 2019 年第 48 号通告《化妆品中西咪替丁的检测方法 (高效液相色谱法) 》，使用 Nexera LC-40 高效液相色谱系统对化妆品中的西咪替丁成分进行了分析和研究，该方法分析时间短，精密度高，且稳定性良好，能够为化妆品中有害物质的定量分析提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，包括 SCL-40 系统控制器，DGU-405 脱气机，LC-40BXR 输送泵，SIL-40CXR 自动进样器，CTO-40C 柱温箱，SPD-M40 检测器，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。



图 1 岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS II 色谱柱 (2.0 mm I.D.×100 mm L, 2.2 μm)

流动相：A: 0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液 (pH =7.0) ; B: 乙腈

流速：0.4 mL/min

柱温：35°C

检测波长：215 nm

进样体积：3 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 10%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
5.00	Pumps	Pump B Conc.	10%
6.00	Pumps	Pump B Conc.	50%
8.00	Pumps	Pump B Conc.	50%
9.00	Pumps	Pump B Conc.	10%
15.00	Controller	Stop	

■ 样品前处理

准确称取样品 0.5 g (精确到 0.001 g) 于 25 mL 比色管中，加入 20.0 mL 色谱级甲醇，在涡旋混匀器上高速振荡 30 s，使样品与提取溶剂充分混匀。然后超声提取 20 min，静置至室温，再用色谱级甲醇定容至刻度摇匀，溶液经 0.45 μm 滤膜过滤后取滤液作为待测溶液。必要时可用适量的甲醇做稀释。

■ 结果与讨论

3.1 方法对比结果

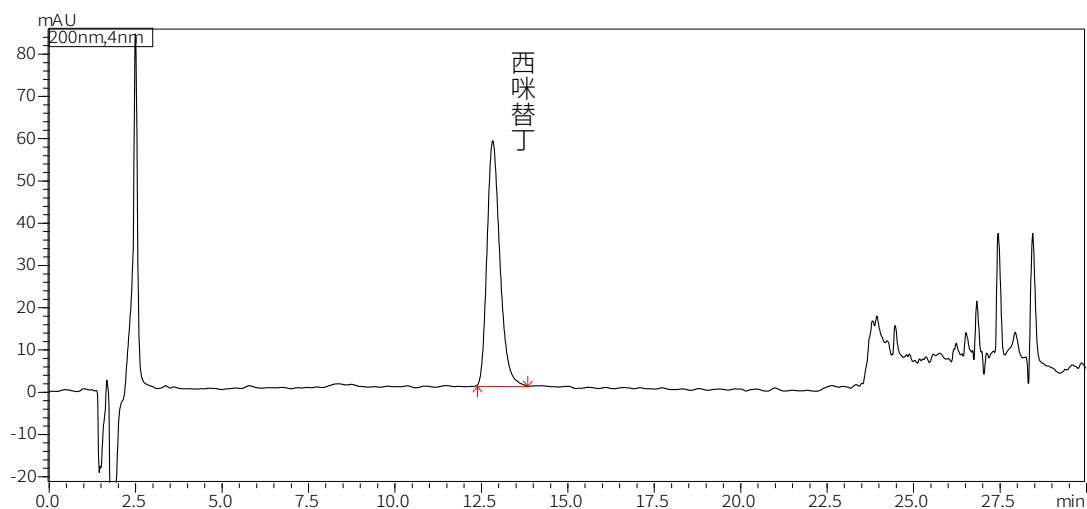


图 2 25 μg/mL 西咪替丁标准品使用国家药监局审议稿方法测试谱图

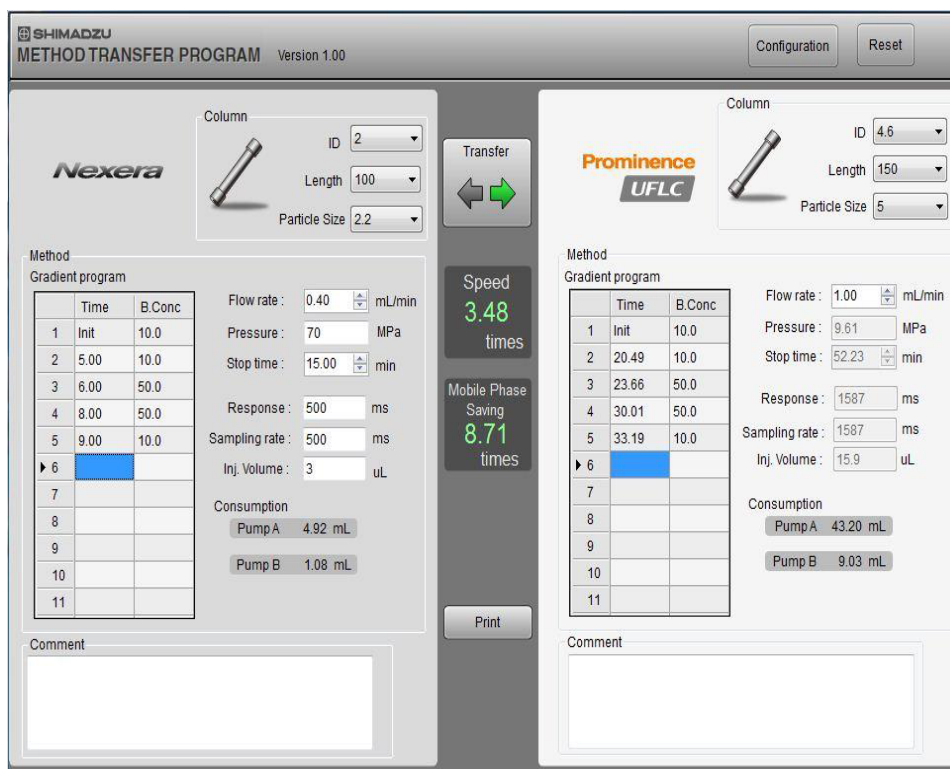


图3 Nexera LC-40 与 Prominence LC-2030C 参数转化图

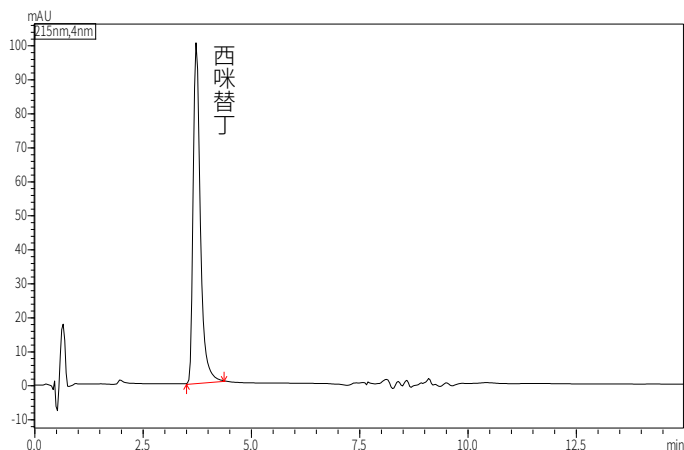


图4 25 µg/mL 西咪替丁标液 (LC-40)

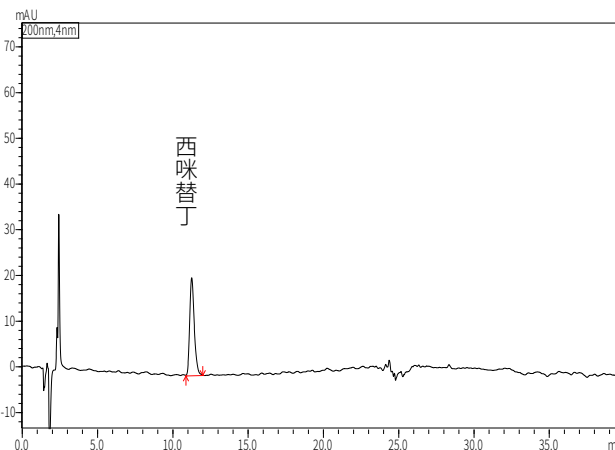


图5 25 µg/mL 西咪替丁标液 (LC-2030C)

如图4、5所示，使用 Nexera LC-40 超高效液相色谱系统的优化方法进行测试，可以达到良好的分离度和灵敏度，并且缩短分析时间近4倍以上。

3.2 样品溶液色谱图

按照 1.2 中的分析条件对样品溶液进行测定，色谱图如图6所示。Nexera LC-40 系统二极管阵列检测器 SPD-M40 经过光学系统改良，具备了卓越的降噪能力。同时 SPD-M40 检测器部分具有三重控温技术，有效降低温度波动引起的波长变化，可以达到良好的分离效果和响应效果。

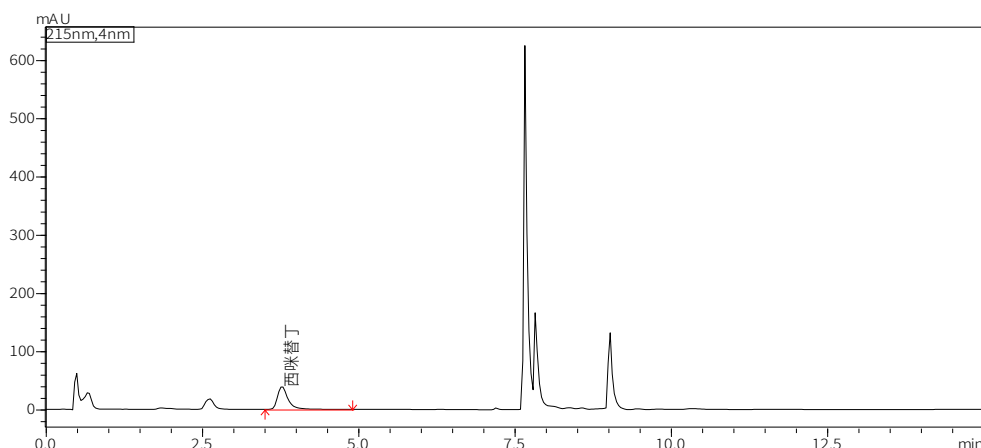


图 6 样品溶液色谱图

岛津 Nexera LC-40 系统自动进样器 SIL-40CXR 具备多种预处理程序，可实现在线稀释、在线柱前衍生、合并进样、重叠进样等功能。自动进样器预处理程序中的稀释功能可实现样品及标准品溶液的在线稀释，自动化程度及准确度较高。

稀释功能程序设定如图 7 所示，使用 Nexera LC-40 自动进样器 SIL-40CXR 的在线稀释功能配制成 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的西咪替丁浓度点，再将西咪替丁标准品溶液通过手动稀释配制成 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度点后进行仪器分析和谱图对比。



图 7 自动进样器 SIL-40CXR 稀释功能程序设定

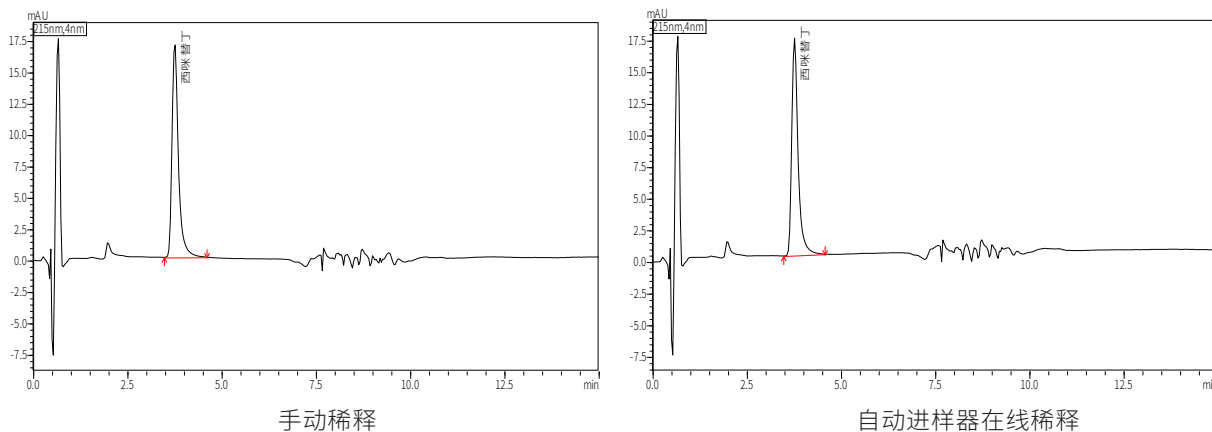


图 8 不同模式下标准品溶液色谱图对比

如图 8 所示，使用 LC-40 自动进样器 SIL-40CXR 的在线稀释功能配制成 5 µg/mL 的浓度与手动稀释配制成 5 µg/mL 的浓度，对比两者响应情况基本一致。

3.3 标准系列溶液的制备

使用 Nexera LC-40 液相色谱仪 SIL-40CXR 自动进样器的在线稀释功能分别配出 0.5、5、10、25、50 µg/mL 的系列标准溶液。标准曲线如图 9 所示。

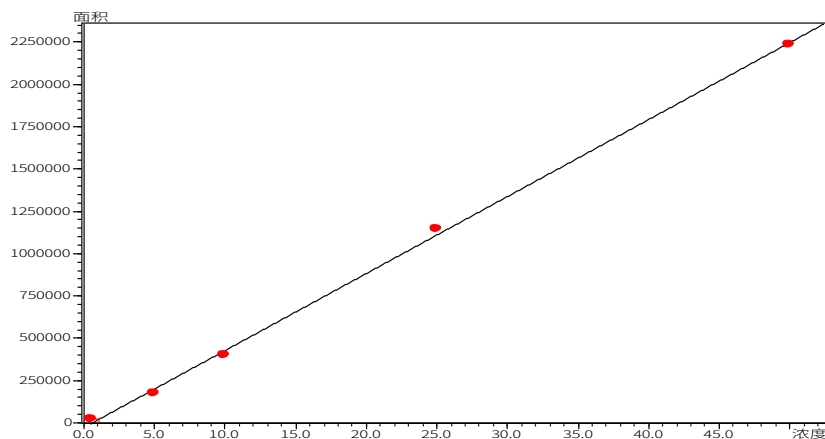


图 9 西咪替丁标准曲线

表 2 标准曲线参数

名称	线性范围 (µg/mL)	线性方程	相关系数	检出限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)
西咪替丁	0.5-50.0	$Y=45311.2X-37156.6$	0.9993	0.011	0.036

3.4 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，分别选择低、中、高浓度的标准品溶液连续进样 8 次测定重复性。西咪替丁保留时间 RSD% 为 0.120%~0.349%；峰面积 RSD% 为 0.791%~1.727%；结果见表 3，Nexera LC-40 液相色谱仪具有良好的精密度。

表 3 标准品溶液精密度结果 (n=8)

序号	5.0 µg/mL		25.0 µg/mL		50.0 µg/mL	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	3.756	203,137	3.770	1,164,753	3.771	2,245,883
2	3.764	203,111	3.734	1,169,594	3.763	2,245,997
3	3.757	202,439	3.752	1,176,940	3.761	2,245,377
4	3.762	204,652	3.738	1,177,197	3.765	2,261,385
5	3.750	206,656	3.738	1,190,589	3.765	2,357,736
6	3.763	201,319	3.735	1,179,348	3.761	2,246,725
7	3.755	202,802	3.759	1,164,064	3.756	2,240,376
8	3.760	202,995	3.752	1,158,419	3.767	2,256,146
RSD%	0.126	0.791	0.349	0.885	0.120	1.727

3.5 样品加标回收率

在待测样品中添加标样物质进行平行测定，如图 10、11 所示；测试结果显示，样品的加标回收率在 93.86%~96.58% 之间，具体加标量和测定结果见表 4

表 4 样品加标回收率结果

物质名称	样品含量 (μg/g)	0.5 μg/g	2.0 μg/g	10.0 μg/g
西咪替丁	ND	93.86%	96.58%	95.01%

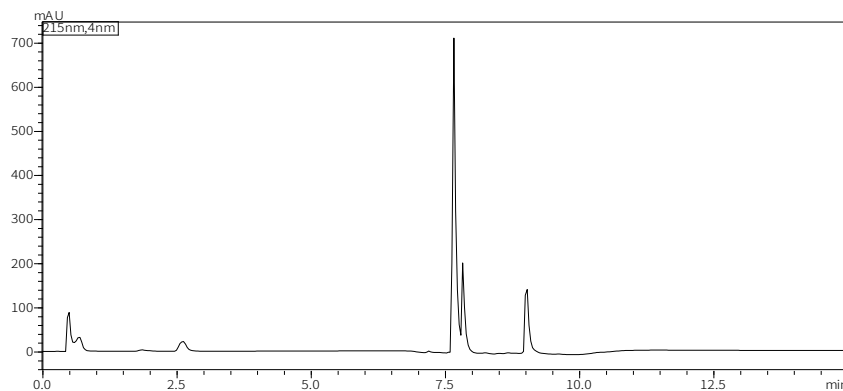


图 10 空白样品谱图

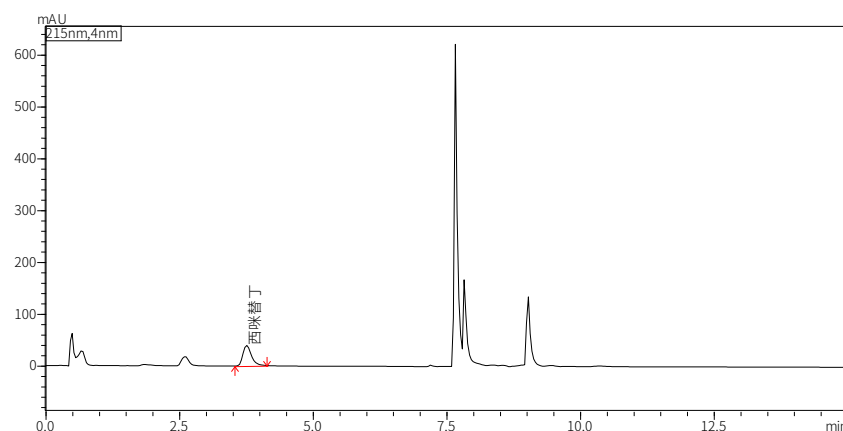


图 11 加标样品谱图

■ 结论

本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，参照国家药监局发布 2019 年第 48 号通告《化妆品中西咪替丁的检测方法 (高效液相色谱法) 》进行方法优化，有针对性的建立了化妆品中西咪替丁成分及含量的测定方法。结果表明，西咪替丁在 0.5~50.0 μg/mL 的范围内线性良好，相关系数大于 0.999；精密度实验中，西咪替丁保留时间的 RSD% 在 0.120%~0.349% 之间；峰面积的 RSD% 在 0.791%~1.727% 之间，仪器精密度良好；并且西咪替丁的回收率分布在 93.86%~96.58% 之间。岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪具有分析速度快、稳定性好、结果准确度高等特点，适用于多种相关行业的质量控制及分析检验工作。

岛津应用云

