

高效液相色谱法测定化妆品中马兜铃酸 A 的含量

LC-327

摘要：本文参考《GB/T 35949-2018 化妆品中禁用物质马兜铃酸 A 的测定 高效液相色谱法》，使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了化妆品中马兜铃酸 A 含量的检测方法。马兜铃酸 A 在 1-50 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，校准曲线相关系数在 0.999 以上，线性良好。取浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD% 为 0.31%，仪器重复性良好。加标回收率测试中，加标浓度为 15、50、100 mg/kg，回收率在 94.0%-99.4% 之间，3 次平行加标实验相对标准偏差均不超过 0.43%，完全满足检测的要求。

关键词：液相色谱法 化妆品 马兜铃酸 A

马兜铃酸 (Aristolochic acids) 也被称为马兜铃总酸、增噬力酸或木通甲素，是一类硝基菲羧酸，这是一类具有强烈致癌性和肾毒性的化合物。马兜铃酸是一种植物次生代谢物，几乎存在于所有的马兜铃属植物中，其中马兜铃酸 A 是最常见的一种马兜铃酸类化合物。

马兜铃酸 A 是我国《化妆品安全技术规范 (2015

年版)》规定的禁用物质。一些化妆品中会含有植物提取物，而马兜铃酸 A 可能会被间接加入到化妆品中，因此，检测化妆品中的马兜铃酸 A 十分有必要。

本文参考《GB/T 35949-2018 化妆品中禁用物质马兜铃酸 A 的测定 高效液相色谱法》，采用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了化妆品中马兜铃酸 A 的检测方法，供相关检测人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 Essentia LC-16 液相色谱仪，配置信息如下

系统控制器：CBM-20Alite

脱气机：DGU-20A5R

输液泵：LC-16 \times 2

自动进样器：SIL-16

柱温箱：CTO-16L

检测器：SPD-16

色谱工作站：LabSolutions Essentia V.5.98

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (250 mm \times 4.6 mm I.D., 5 μm , P/N: 228-34937-92, 岛津 (上海) 实验器材有限公司)

流动相：A-0.5% 冰醋酸水；B- 甲醇

流速：1.0 mL/min

柱温：25 $^{\circ}\text{C}$

进样体积：20 μL

波长：315 nm

洗脱方式：等度洗脱，B 相浓度为 70%

■ 样品前处理

称取乳液 1 g，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 10 mL，超声 15 min，冷却至室温，经 0.45 μm 滤膜过滤后上机。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

按照 1.2 中分析条件进行测定，标准品色谱图如图 1 所示。

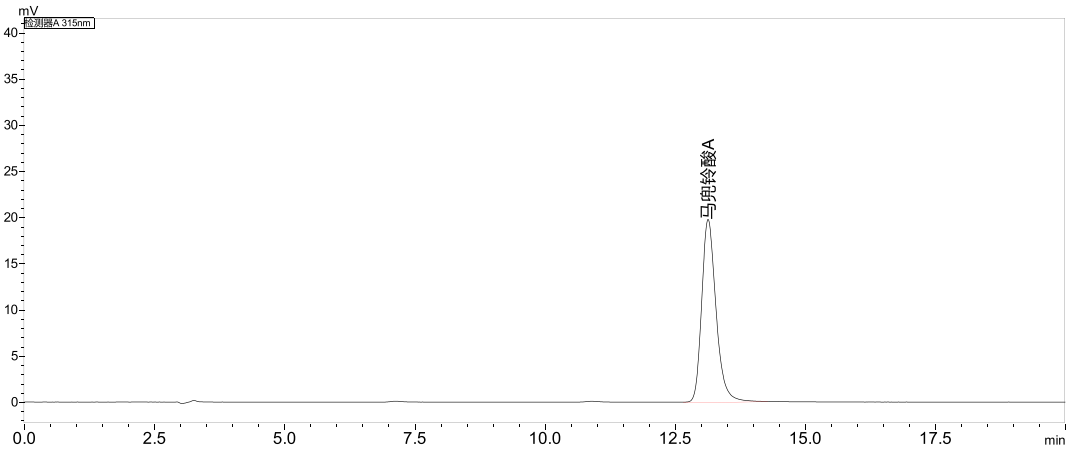


图 1 马兜铃酸 A 标准溶液色谱图 (浓度 10 $\mu\text{g/mL}$)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	马兜铃酸 A	Aristolochic acid A	313-67-7	13.124

3.2 校准曲线

准确称取 10 mg 马兜铃酸 A 标准品，溶解至 10 mL 甲醇中，即得 1 mg/mL 马兜铃酸 A 标准储备液。取马兜铃酸 A 标准储备液，用甲醇配制系列浓度为 1、5、10、20、50 $\mu\text{g/mL}$ 的标准曲线溶液。取 20 μL 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做校准曲线。以 1 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液的色谱峰信噪比计算出检出限 ($S/N=3$) 和定量限 ($S/N=10$)，标准曲线信息及检出限、定量限结果见图 2。

结果显示，马兜铃酸 A 在 1-50 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，线性相关系数 r 大于 0.999，线性良好，仪器检出限和定量限分别为 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 和 0.06 $\mu\text{g/mL}$ 。

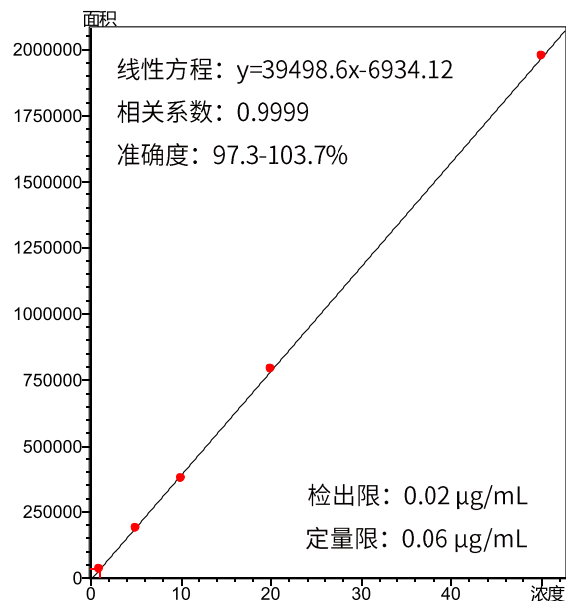


图 2 马兜铃酸 A 校准曲线

3.3 重复性测试

取浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液连续 6 次进样，考察重复性。保留时间 RSD 值为 0.09%，峰面积 RSD 值为 0.31%，重复性良好。

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 15、50、100 mg/kg ，重复 3 次，经过前处理后进行上机分析。取三次平行测定结果的平均值评估回收率。回收率结果见表 2，加标回收率在 94.0%-99.4% 之间。

表 2 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	15	99.2	98.4	98.5	98.8	0.43
2	50	99.0	99.5	99.7	99.4	0.37
3	100	94.0	94.1	93.9	94.0	0.14

3.5 样品检测

对市售化妆品（乳液）进行检测。样品经前处理后上机，测定样品中的马兜铃酸 A 含量。样品色谱图见图 3，其中马兜铃酸 A 未检出。

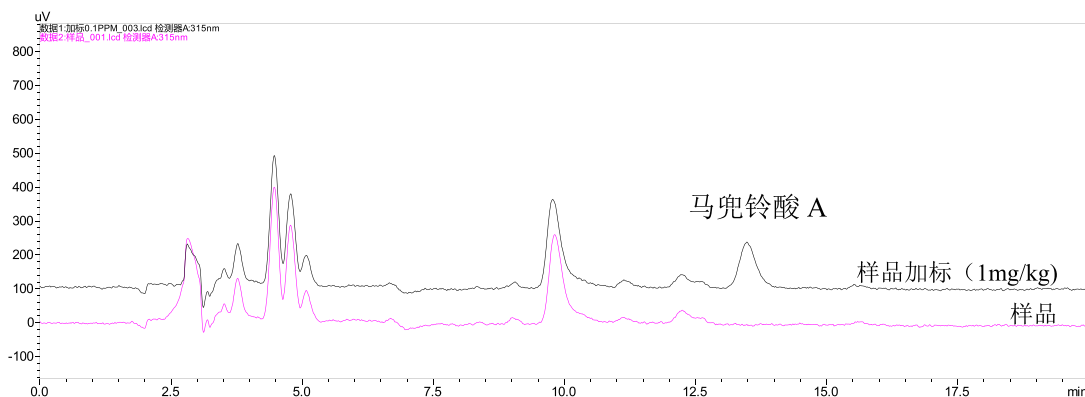


图 3 化妆品样品与定量限加标色谱图

■ 结论

本文参考《GB/T 35949-2018 化妆品中禁用物质马兜铃酸 A 的测定 高效液相色谱法》，使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了化妆品中马兜铃酸 A 含量的检测方法。实验结果表明：线性、精密度、回收率均满足测定要求，该方法可为化妆品中马兜铃酸 A 含量的测定提供参考。

岛津应用云

