

# 高效液相色谱法测定化妆品中的禁用物质 甲巯咪唑

LC-355

**摘要：**本文建立了一种使用岛津液相色谱仪 LC-2030C 3D 测定化妆品中禁用物质甲巯咪唑的方法。甲巯咪唑在 0.05-1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内线性良好，线性相关系数为 0.9997，曲线各浓度点准确度在 97.1-105.2% 之间。对 0.10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液连续 6 次进样，峰面积和保留时间的相对标准偏差分别为 0.86% 和 0.22%，方法检出限为 0.20  $\text{mg}/\text{kg}$ 。10.0  $\text{mg}/\text{kg}$  浓度加标回收率为 93.4%。本文使用 LC-2030C 3D 可以在 6 min 内完成分析，适用于化妆品中甲巯咪唑的测定。

**关键词：**高效液相色谱仪 化妆品 甲巯咪唑

甲巯咪唑是一种常用于治疗甲状腺功能亢进的咪唑类药物，是我国《化妆品安全技术规范》（2015 版）中明令禁止用于化妆品的原料。但是由于甲巯咪唑可以有效地抑制酪氨酸酶的活性，进而抑制细胞中的黑色素的生成，达到美白皮肤的功效，而被不良商家非法添加在化妆品中。人长期使用后会造体内蓄积中毒，危害身体健康，会引起急性造血功能停滞、药物性肝炎、剥落性皮炎等多种不良反应，如果在孕妇体

内蓄积会影响胎儿的甲状腺功能。世界卫生组织国际癌症研究机构将甲巯咪唑归类为 3 类致癌物。目前我国尚未规定化妆品中甲巯咪唑的限量值，但鉴于其致癌性，检测化妆品中的甲巯咪唑物质不可或缺。《GB/T 40894-2021 化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法》对化妆品中测定该物质提供方法。

本文使用岛津 LC-2030C 3D 系统，参照国标规定的分析方法，对化妆品中禁用物质甲巯咪唑进行检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津 Prominence-i 高效液相色谱仪，具体配置为：

仪器：LC-2030 C 3D

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.87 SP1

### 1.2 分析条件液相条件

色谱柱：Inertsil ODS-3（150 mm  $\times$  4.6 mm I.D.，5  $\mu\text{m}$ ），P/N：5020-01731，

岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：A 相 - 水溶液；B 相 - 甲醇

洗脱方式：等度洗脱，B 相浓度 10%

流速：1.0 mL/min

进样体积：20  $\mu\text{L}$

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

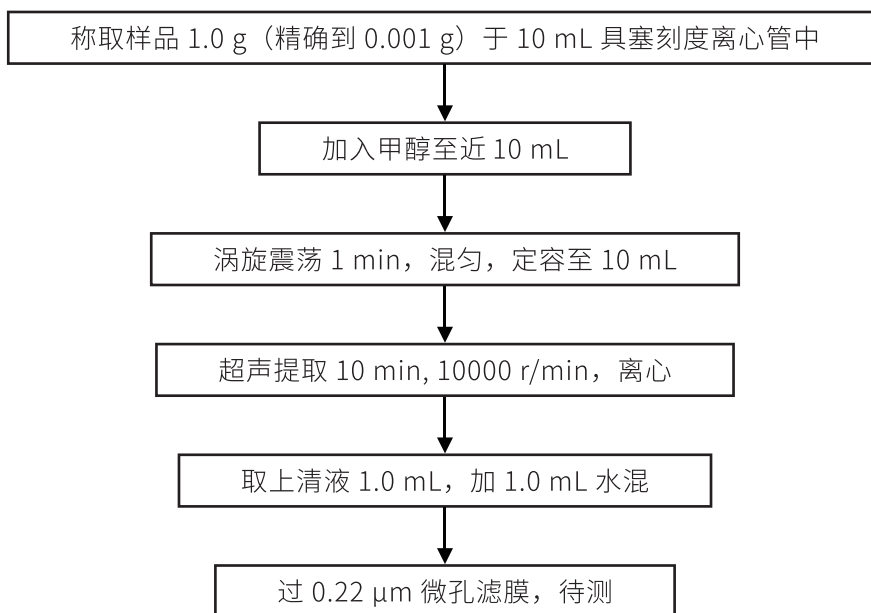
检测波长：253 nm

## ■ 样品前处理

甲巯咪唑标准储备液配置：准确称取标准品 10 mg，精确到 0.1 mg，于 10 mL 的容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，即得甲巯咪唑质量浓度为 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准储备液。-18 $^{\circ}\text{C}$  冰箱冷冻保存，有效期为 6 个月。

将 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准溶液用 50% 甲醇水逐级稀释，配至成浓度为 0.05，0.1，0.2，0.5，1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准工作液，现用现配。

参照《GB/T 40894-2021 化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法》中的方法，前处理流程图如下：



## ■ 结果讨论

### 3.1 标准样品的色谱图

浓度为 0.1  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液的色谱如图 1 所示。

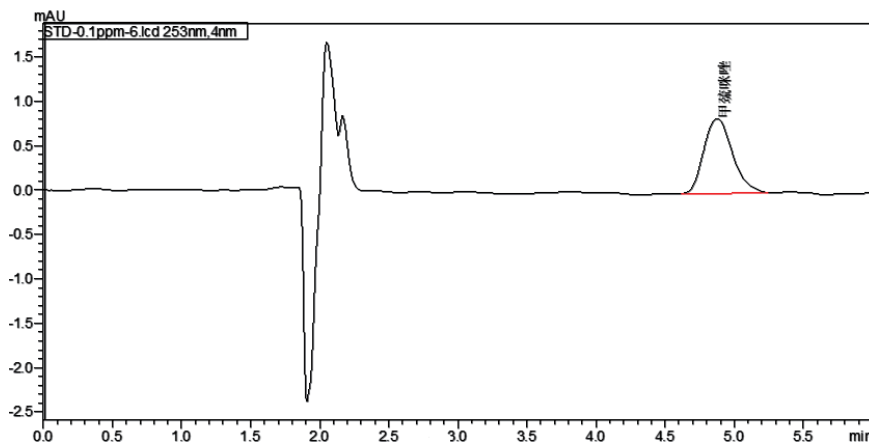


图 1 0.1  $\mu\text{g/mL}$  甲巯咪唑标准溶液色谱图

### 3.2 线性关系、检出限与定量限

将浓度为 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0  $\mu\text{g/mL}$  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，外标法制作校准曲线，如图 2 所示。甲巯咪唑在上述浓度范围内校准曲线线性良好。线性方程、线性相关系数、检出限与定量限等结果如表 1 所示。

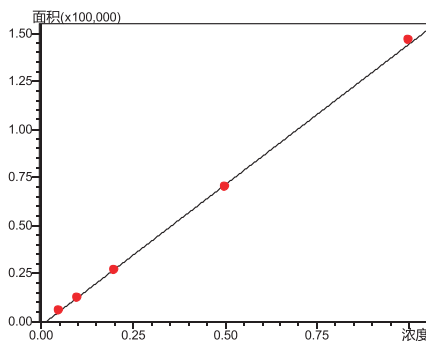


图 2 甲巯咪唑校准曲线

表 1 甲巯咪唑的校准曲线参数与检出限、定量限

名称	CAS 号	校准曲线	相关系数 r	检出限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)	准确度 %
甲巯咪唑	60-56-0	$Y = (146518.5)X - (2104.0)$	0.9997	0.01	0.03	97.1-105.2

### 3.3 精密度实验

对浓度为 0.1 µg/mL 的标准溶液连续 6 次进样，甲巯咪唑的峰面积和保留时间的相对标准偏差分别在 0.86% 和 0.22%，仪器精密度良好。

### 3.4 实际样品分析及回收率实验

将所建立的分析方法用于实际样品分析，检测化妆品样品。按照国标要求，在添加质量分数为 1.0 mg/kg-10.0 mg/kg 的范围内，选择添加浓度为 10.0 mg/kg，按 2 中描述的前处理方法对加标样品进行测试，化妆品样品和化妆品样品加标的色谱图如图 3 所示，加标回收率结果见表 2。

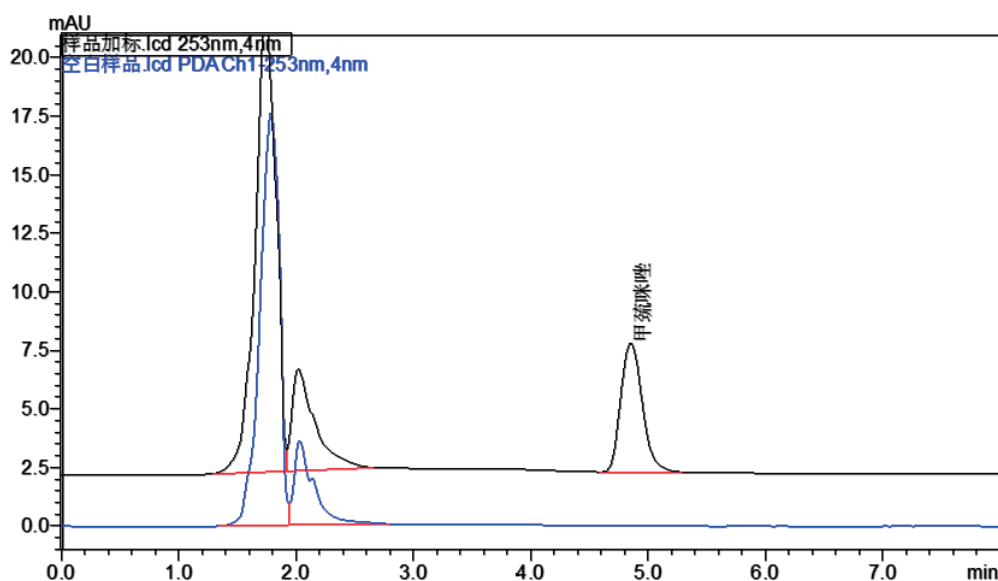


图 3 化妆品样品和化妆品样品加标色谱图

表 2 化妆品样品检测与加标回收结果

名称	测定结果 (mg/kg)	加标样品	
		加标浓度 (mg/kg)	回收率 (%)
甲巯咪唑	N.D.	10.0	93.4

注：N.D. 未检出

## ■ 结论

依据《GB/T 40894-2021 化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法》，建立了一种使用岛津高效液相色谱仪 LC-2030C 3D 测定化妆品中甲巯咪唑的方法。方法学结果显示，甲巯咪唑在 0.05-1.0 µg/mL 浓度范围内线性良好，线性相关系数为 0.9997，曲线各浓度点准确度在 97.1-105.2% 之间。0.10 µg/mL 标准溶液连续 6 次进样，峰面积和保留时间的相对标准偏差分别为 0.86% 和 0.22%，仪器精密度良好。考察了浓度为 10.0 mg/kg 样品加标，其回收率为 93.4%，甲巯咪唑的方法检出限为 0.20 mg/kg。该方法可为

岛津应用云

