

LCMS-8045 应用于化妆品中西咪替丁成分的定量分析优化

LCMSMS-444

摘要： 本文利用岛津 LCMS-8045 液质联用仪，建立了化妆品中西咪替丁成分的分析检测方法。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。在 2~100 ng/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 0.9999；在 5~30 ng/g 加标量下，西咪替丁的回收率分布在 88.70%~98.40% 之间。该方法适用于液体及膏体化妆品中西咪替丁成分的准确定量分析。连续 8 针进样，西咪替丁物质的保留时间和峰面积两者的 RSD 分别在 0.550%~0.737% 和 0.759%~0.968% 之间，西咪替丁物质灵敏度测试 (S/N=3) LOD=0.55 ng/mL, (S/N=10) LOQ=1.80 ng/mL 表明仪器灵敏度良好。该方法操作简捷、灵敏度高、分析速度快，特别适合大批量样品的定性定量分析。

关键词： LCMS-8045 液质联用仪 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。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，超范围使用限量物质或是违规使用未经批准的原材料；对于非人为或不可避免原因由原材料引入的不明成分的安全危害认识不

够或是生产过程中产生或带入的安全危害成分的认识和控制力不够等因素必须引起高度重视。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。本实验使用 LCMS-8045 液相色谱和质谱联用系统，对化妆品中的西咪替丁成分进行了研究，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性定量分析提供帮助。

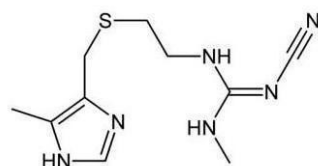


图 1 西咪替丁物质结构式

■ 实验部分

1.1 仪器配置

本实验使用岛津超高效液相色谱 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵，SIL-30AC 自动进样器，CTO-20AC 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.93 色谱工作站。



图 2 岛津 LCMS-8045 超高效液相色谱三重四极杆质谱联用仪

1.2 分析条件

液相色谱条件:

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: 0.1% 甲酸 + 0.002 mol/L 乙酸铵水溶液, B: 乙腈

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40°C

进样量: 1 μL

洗脱方式: 梯度洗脱, B 相初始浓度为 10%, 时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
3.00	Pumps	Pump B Conc.	10
4.00	Pumps	Pump B Conc.	50
5.00	Pumps	Pump B Conc.	50
5.10	Pumps	Pump B Conc.	10
7.00	Controller	Stop	

LCMS-8045 质谱条件:

离子源 : ESI (+)

雾化气流速 : 3.0 L/min

加热气流速 : 10.0 L/min

接口温度 : 300°C

DL 温度 : 250°C

加热模块温度 : 400°C

扫描模式 : 多反应监测 (MRM)

干燥气流速 : 10.0 L/min

MRM 参数 : 见表 2

表 2 MRM 优化参数

名称	CAS#	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
西咪替丁	51481-61-9	253.2	95.05*	-28	-29	-16
			159.15	-17	-15	-14
			117.25	-28	-16	-23

注: * 表示定量离子

1.3 标准溶液的配制

用流动相 (VA:VB=9:1) 溶液将西咪替丁标准品做梯度稀释, 依次配制成 2、5、10、20、50、100 ng/mL 的标准系列溶液。

1.4 样品前处理方法

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, 准确移取 1 mL 样品溶液放进色谱瓶中用氮吹仪将其吹干后再用流动相 (VA:VB=9:1) 溶液定容至 1 mL, 经 0.22 μm 滤膜过滤后取滤液作为待测溶液, 必要时可用适量的流动相 (VA:VB=9:1) 溶液做稀释。

■ 结果与讨论

2.1 线性范围

按照 1.3 配制各浓度的标准溶液, 以西咪替丁目标物的浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 以外标法绘制标准曲线如图 3 所示, 所得标准曲线线性关系良好, 相关系数 R^2 大于 0.9999。线性方程情况见表 3。

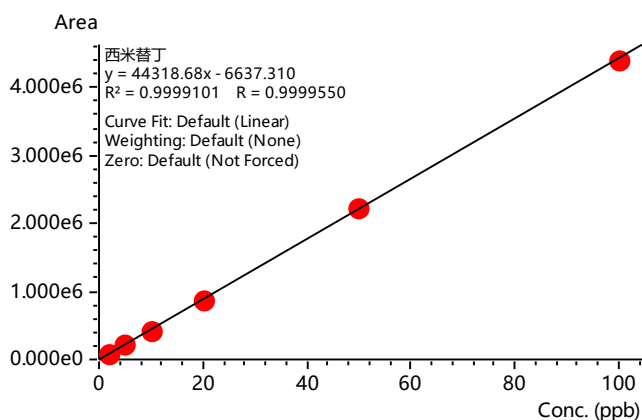


图 3 西咪替丁标准曲线

表 3 标准曲线参数

名称	校准曲线	线性范围 (ng/mL)	相关系数 R^2	准确度 %
西咪替丁	$Y = 44318.68X - 6637.31$	2~100	0.99991	97.1~101.4

2.2 精密度实验

按照 1.3 步骤配制低、中、高三个浓度的标准溶液, 连续进样 8 次, 考察分析方法保留时间和峰面积的重复性。结果表明: 西咪替丁保留时间的 RSD 在 0.550%~0.737% 的范围, 峰面积的 RSD 在 0.759%~0.968% 的范围, 以上数据表明此方法的精密度良好。

表 4 标准品溶液精密度的结果 (n=8)

序号	2 ng/mL		10 ng/mL		50 ng/mL	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	1.420	106,884	1.388	509,954	1.422	2,658,420
2	1.409	103,695	1.395	515,580	1.411	2,601,309
3	1.401	105,561	1.408	513,135	1.408	2,658,843
4	1.399	105,471	1.415	521,378	1.43	2,649,037
5	1.401	104,594	1.405	519,463	1.406	2,638,886
6	1.417	106,171	1.397	525,080	1.401	2,644,449
7	1.412	105,952	1.419	515,360	1.412	2,617,214
8	1.408	104,621	1.405	519,715	1.406	2,634,284
RSD%	0.550	0.968	0.737	0.940	0.686	0.759

2.3 样品加标实验

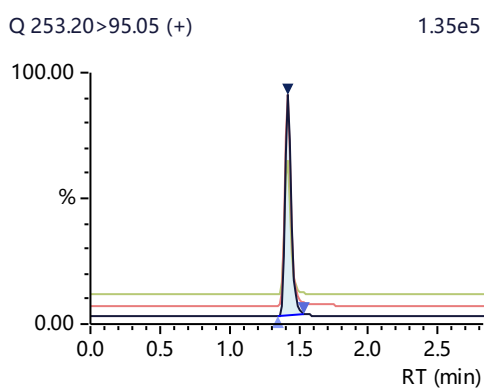


图 4 西咪替丁标准品色谱图 (10 ng/mL)

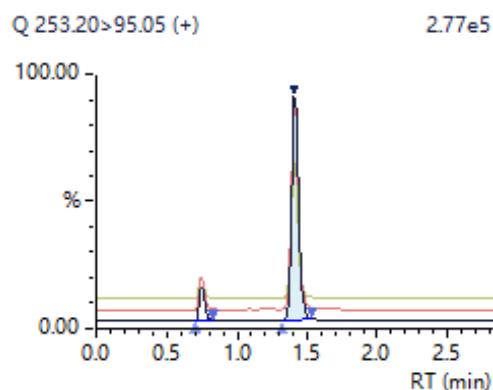


图 5 化妆品样品色谱图

取化妆品样, 按照 1.4 步骤制备样品和加标样品, 三个水平加标浓度如下表 5 所示, 各样品平行测定 6 次。测试结果显示: 西咪替丁成分的低中高三个梯度的加标回收率分别在 92.50% ~ 97.50%、96.7% ~ 98.40%、88.70% ~ 93.30% 之间, 加标回收率 RSD 在 0.65% ~ 2.18% 之间, 均满足检测的条件要求。

表 5 样品加标实验结果

序号	物质名称	样品含量平均值 (ng/g)	样品加标回收率 (%)		
			5 ng/g	10 ng/g	30 ng/g
1	西咪替丁	27.0	95.0	98.1	88.9
2			92.5	98.3	88.9
3			95.0	98.0	88.7
4			95.0	98.3	91.1
5			95.0	98.4	93.3
6			97.5	96.7	92.2
回收率 RSD (%)			1.66	0.65	2.18

2.4 灵敏度实验

在化妆品空白样中加入浓度为 2 ng/mL 的西咪替丁标样，按照 1.4 进行样品前处理，考察方法的灵敏度，将处理好的样品按 1.2 中的分析条件进行测定。通过软件计算检出限和定量限，西咪替丁的方法检出限和定量限如下表 6 所示。在上述条件下，目标物的检出限和定量限分别为 0.55 ng/mL 和 1.80 ng/mL，均满足分析检测要求。

表 6 方法检出限、定量限

名称	检出限 (ng/mL)	定量限 (ng/mL)
西咪替丁	0.55	1.80

■ 结论

本实验使用岛津 LCMS-8045 液质联用仪，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 2~100 ng/mL 的范围内线性良好，相关系数 R^2 大于 0.9999；精密度实验中，西咪替丁保留时间的 RSD 在 0.550%~0.737% 之间；峰面积的 RSD 在 0.759%~0.968% 之间，仪器精密度良好；并且西咪替丁的回收率分布在 88.70%~98.40% 之间。岛津 LCMS-8045 液质联用仪具有分析速度快、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等工作。

岛津应用云

