

# LCMS-9050 快速筛查化妆品植物原料中的风险物质

## LCMS-QTOF-093

**摘要：** 本文利用岛津超高效液相色谱 - 四极杆飞行时间串联质谱仪，结合《化妆品风险物质 QTOF 二级质谱库》建立了一种对化妆品植物原料中风险物质的快速筛查方法。对 6 个样本中的非法添加物质进行定性分析，其结果显示：在 6 个样本中共筛查出 12 种风险物质，二级碎片与数据库匹配度高。使用该方法，可通过一针进样，快速完成目标物的定性筛查，结果准确可靠。

**关键词：** 四极杆飞行时间串联质谱仪 化妆品 植物原料 风险物质

### 技术特点：

- ❖ 利用《化妆品风险物质 QTOF 质谱库》可实现化妆品原料品中风险物质的快速定性。
- ❖ Insight Explore 具有多样品批量搜库功能，提升风险物质筛查效率。

化妆品植物原料，即植物来源的原料，根据生产工艺不同分为直接植物来源和间接植物来源。化妆品植物原料包括植物油、精油、植物提取物、花草浸膏等，富含维生素、抗氧化物质和天然保湿因子，具有温和滋养肌肤，改善肤质，抗氧化抗炎，减少过敏反应等功效。例如，芦荟具有保湿和舒缓作用，绿茶提取物富含多酚，有效抵抗自由基，玫瑰精油则能提升皮肤弹性。由于其天然成分，植物原料越来越受到消费者的青睐。

根据《化妆品风险物质识别与评估技术指导原则（征求意见稿）》，植物来源原料应了解其制备工艺，仅经机械加工后直接使用的植物原料如植物油、植物叶汁等，需识别并评估农药残留等风险物质。本文使用岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱 - 四极杆飞行时间串联质谱仪，建立了一种对化妆品植物原料中风险物质的快速定性的分析方法。对 6 个样品进行了分析，可快速筛查出样品中的风险成分，该方法准确可靠，可为化妆品风险物质筛查提供帮助。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪，具体配置为：

输 液 泵：	LC-40B X3×2	系 统 控 制 器：	CBM-40
自 动 进 样 器：	SIL-40C	飞 行 时 间 质 谱 仪：	LCMS-9050
柱 温 箱：	CTO-40S	在 线 脱 气 机：	DGU-405
色 谱 工 作 站：	LabSolutions Ver. 5.118; LabSolutions Insight Ver. 4.0SP2		

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色 谱 柱：GIST-HP\_C18-AQ (150 mm×2.1 mm., 1.9 μm  
(岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-30807-03)

流 动 相：A 相 - 2 mM 乙酸铵 (0.1% 甲酸)；B 相 - 乙腈

流 速：0.25 mL/min

进 样 体 积：2 μL 柱 温：40°C

洗 脱 方 式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 5%，洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
0.50	泵	B.Conc	5
5.00	泵	B.Conc	30
13.00	泵	B.Conc	60
16.00	泵	B.Conc	98
22.00	泵	B.Conc	98
22.10	泵	B.Conc	5
26.00	控制器	Stop	

#### 质谱条件

离子源：ESI(+/-)

加热模块温度：400°C

接口电压：+4.5 kV/ -3.5 kV

碰撞电压：35±17 V

雾化气流速：3.0 L/min

DL 温度：250°C

加热气流速：10.0 L/min

接口温度：300°C

干燥气流速：10.0 L/min

扫描模式：MS Scan(m/z 100 -1000)

DDA MS/MS (m/z 100 -1000)

### 1.3 样品前处理

取样品研细，称取 2.0 g，加入 10mL 乙腈水（1: 1），涡旋混匀，超声提取 10 min，10000 r/min 离心 5 min，转移上清液至 50 mL 容量瓶中，重复提取 3 次，合并上清液，乙腈水（1: 1）稀释至刻度，摇匀，吸取 1 mL 于进样小瓶上机测定。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 样品的 TIC 图

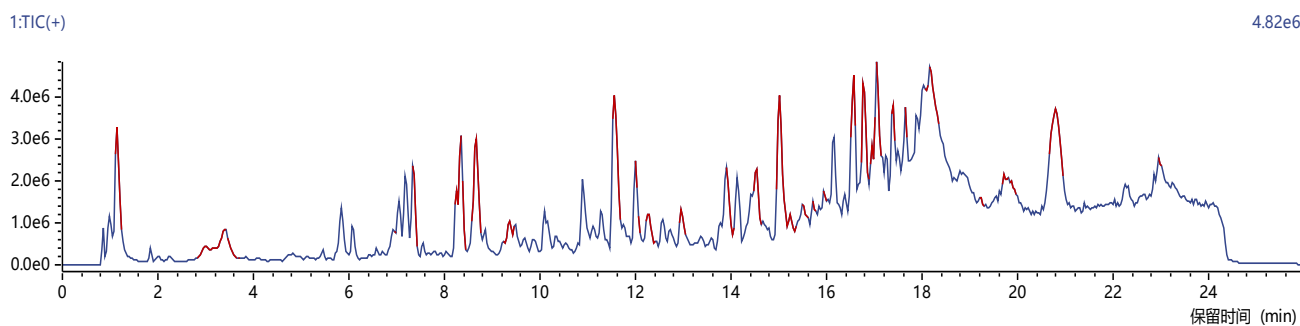


图 1 样品 TIC 色谱图

### 2.2 样品筛查流程

分别使用 DDA(+/-) 模式对每个样品上机溶液进行采集，结合《化妆品风险物质 QTOF 二级质谱库》，使用 Insight Explore 软件的批量搜库功能，对每个样品中的风险物质进行快速筛查。数据处理步骤如下：

导入目标化合物，并设置合适的积分参数

导入进行筛查的二级质谱库

编辑“Flags”参数

批量搜库，快速查看数据

### 1> 导入化合物信息

将 DDA 采集数据导入 Insight Explore 软件，在“编辑方法”项下的“化合物”列表中添加需要筛查的化妆品风险物质名称以及 m/z 信息。

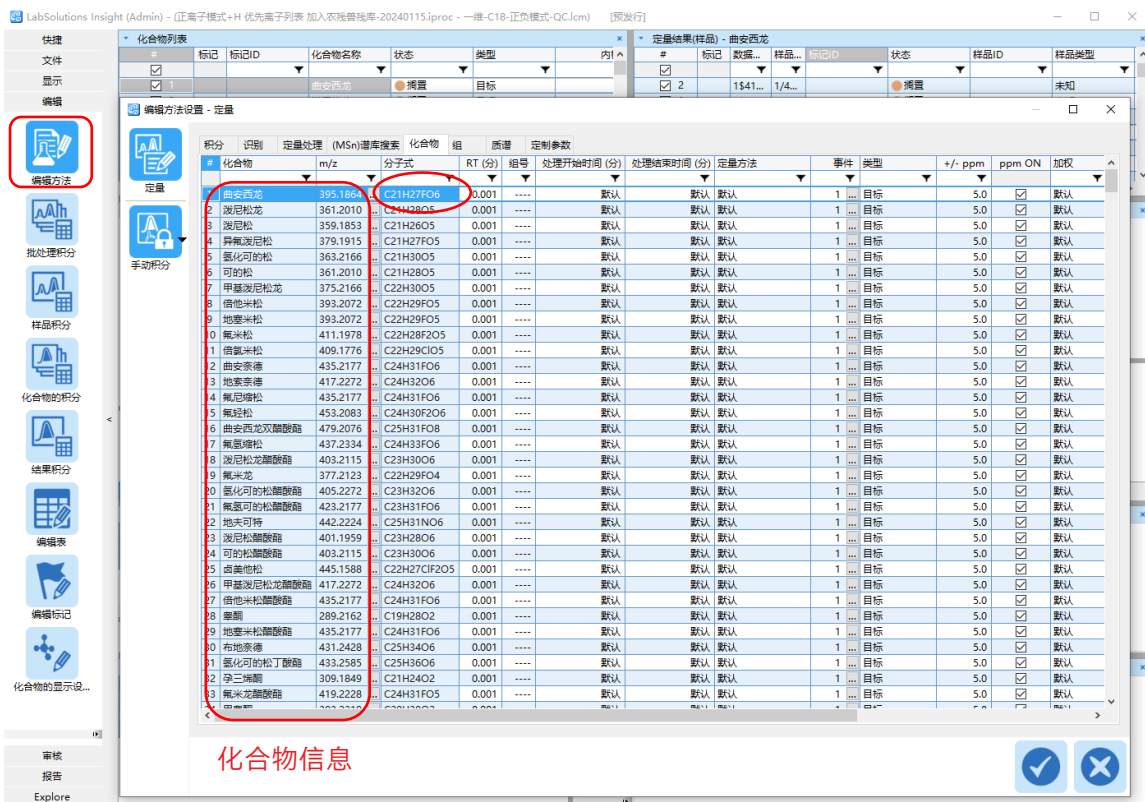


图2 数据导入 Insight Explore 软件截图

### 2> 导入化妆品风险物质二级质谱库

在“编辑方法”项下的“(MSn) 谱库搜索”标签页中添加《化妆品风险物质 QTOF 质谱库》。如图 3 所示，添加了化妆品风险物质的二级数据库，同时设置了搜索相同的前体离子、搜索匹配数、搜索相同极性等条件。



#### 4> 批量搜库及结果说明

对导入的数据使用“谱库搜索”。如图5所示，可对导入的数据进行批量搜索。

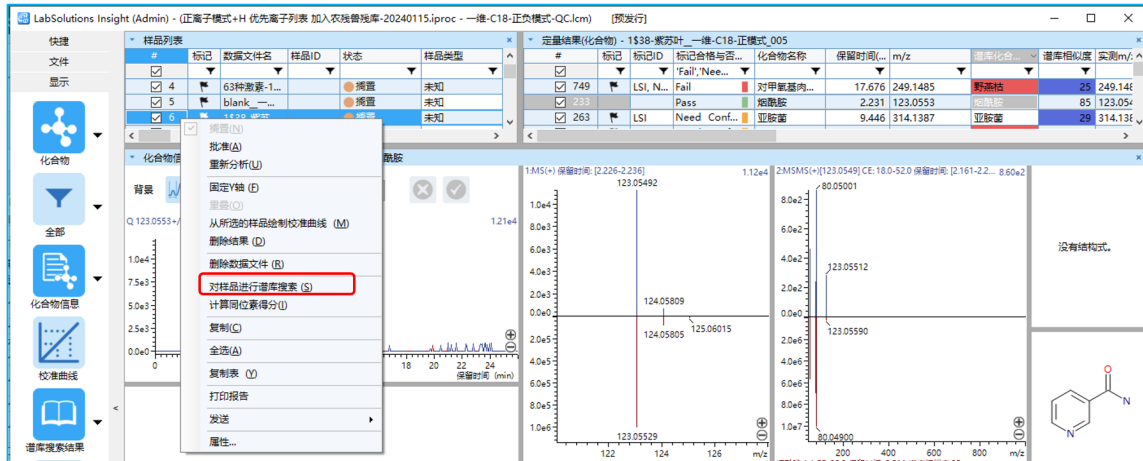


图5 批量搜库软件截图

搜索结果如下图6所示，“啶虫脒”二级碎片与数据库中质谱图匹配良好，匹配度大于70，且与数据库中名称一致，故显示“Pass”。化合物列表中的名称“烯啶虫胺”二级碎片与数据库中质谱图匹配良好，匹配度大于70，但是名称与数据库不匹配，故显示“Fail”并在“标记ID”列显示NAME。

#### 筛查结果

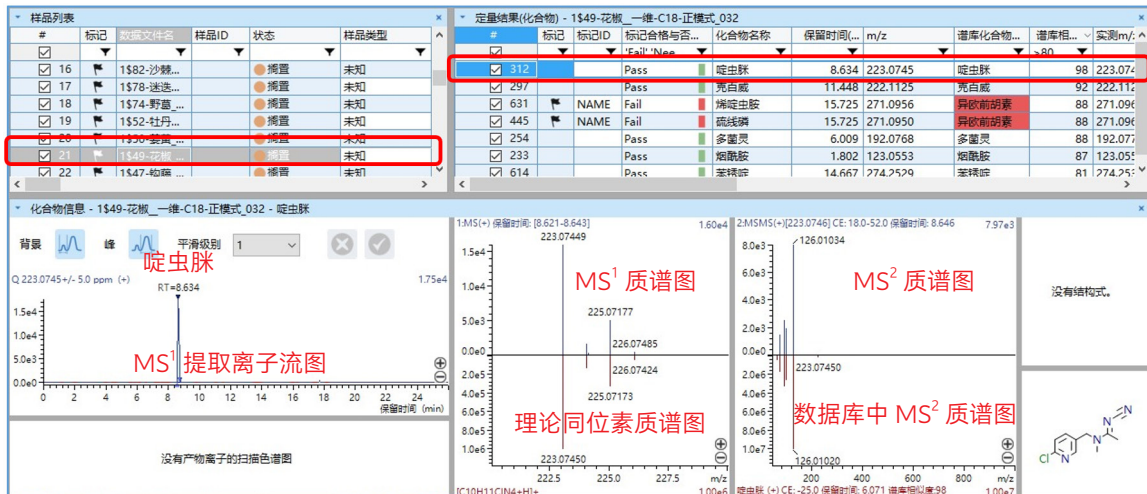
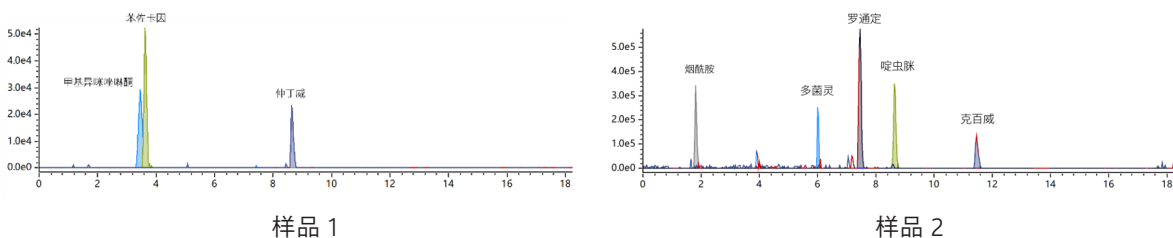


图6 搜库结果软件截图

#### 2.5 样品结果

利用上述方式进行批量搜库，6个样本的风险物质的提取离子流色谱图和筛查结果汇总如图7和表2所示。



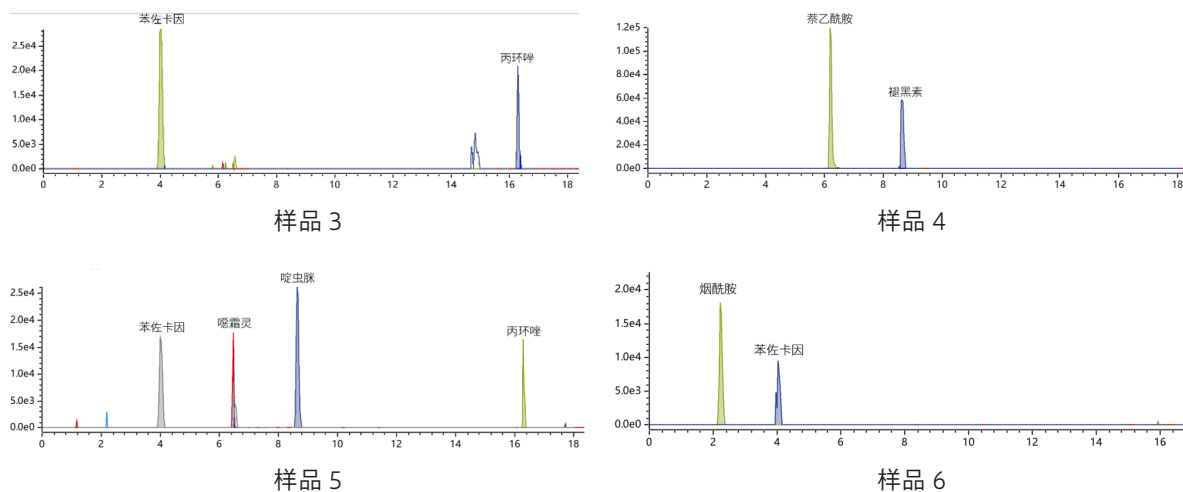


图 7 样品提取离子流色谱图

表 2 6 个样品风险物质筛查结果 (面积值)

序号	化合物名称	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
1	啶虫脒	N.D.	996765	N.D.	N.D.	265813	N.D.
2	罗通定	N.D.	47129	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3	丙环唑	N.D.	N.D.	31523	N.D.	132279	N.D.
4	仲丁威	189833	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
5	褪黑素	N.D.	N.D.	N.D.	355004	N.D.	N.D.
6	噁霜灵	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	102246	N.D.
7	烟酰胺	N.D.	98137	N.D.	N.D.	N.D.	132786
8	苯佐卡因	362935	N.D.	167248	N.D.	251394	83402
9	萘乙酰胺	N.D.	N.D.	N.D.	247318	N.D.	N.D.
10	甲基异噻唑啉酮	334437	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
11	克百威	N.D.	276612	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
12	多菌灵	N.D.	1546740	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

注: N.D. 未检出。

## ■ 结论

本文利用岛津公司 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪, 结合《化妆品风险物质二级质谱库》快速对 6 个化妆品植物原料样品中风险物质进行筛查。结果显示: 6 个化妆品植物原料样本中定性出 12 种风险物质, 所有定性出的化合物的二级碎片与质谱库匹配良好。通过 6 个植物原料样本的测试验证, 该方案可以实现一针进样, 快速完成目标物的定性筛查, 判定化妆品植物原料中可能存在的风险物质, 具有一定的实际应用价值, 供相关人员参考。

岛津应用云

