

超快速液相色谱法测定化妆品中的氯噻酮和吩噻嗪的含量

LC-093

摘要: 本文建立了一种使用岛津 UFLCXR 超快速液相色谱法测定化妆品中的氯噻酮和吩噻嗪的方法。化妆品中氯噻酮和吩噻嗪用丙酮超声提取, 以 30 mmol/L NaH_2PO_4 缓冲液 (pH 5.6) 用二元高压梯度系统在 5 min 内得到了理想的分离效果。氯噻酮和吩噻嗪在 0.1 mg/L~ 5.0 mg/L 范围内, 质量浓度与其峰面积呈良好的线性关系。对 0.1 mg/L、0.5 mg/L 和 2 mg/L 三个浓度标样 7 次连续进样的保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.07~ 0.34% 和 0.20 ~1.86% 之间。方法可用于化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的检测。

关键词: 化妆品 氯噻酮 吩噻嗪 超快速液相色谱

氯噻酮 (Chlorthalidone) 是一种长效利尿降压药, 长期使用氯噻酮可导致体内水和电解质紊乱、糖耐量降低、过敏反应等毒副作用。吩噻嗪 (Phenothiazine) 可用作驱虫剂、杀虫剂、药物和染料的合成、合成材料用助剂等, 对眼睛、皮肤、粘膜和上呼吸道有刺激作用, 可引起惊厥。

氯噻酮、吩噻嗪均为欧盟化妆品新法规 (EC) No

1223/20092 规定的化妆品组分中禁用物质。《GB/T 24800.4-2009 化妆品中氯噻酮和吩噻嗪的测定 高效液相色谱法》规定了氯噻酮和吩噻嗪的检出限为 2 mg/kg, 定量限为 8 mg/kg。本文建立了一种分析化妆品中的氯噻酮和吩噻嗪的高效液相色谱检测方法, 供相关检测人员参考。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津高效液相色谱仪 UFLCXR 二元高压梯度系统。配置为: LC-20ADXR × 2 输液泵, DGU-20A5R 在线脱气机, SIL-20ACXR 自动进样器, CTO-20AC 柱温箱, SPD-M20A 二极管阵列检测器, CBM-20A 系统控制器, LabSolutions Ver. 5.50 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱: Shim-pack XR-ODS III 2.0 × 150 mm, 2.2 μm;

流动相: A - 30 mmol/L NaH_2PO_4 缓冲液 (pH 5.6); B - 乙腈

流速: 0.4 mL/min

进样体积: 10 μL

柱温: 40°C

检测波长: 230 nm

洗脱方式: 梯度洗脱, B 相初始浓度为 30%, 时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.00	Pumps	Pump B Conc.	80
3.00	Pumps	Pump B Conc.	80
3.01	Pumps	Pump B Conc.	30
5.00	Controller	Stop	

1.3 样品制备

标准溶液配制: 用乙腈配制 200 mg/L 氯噻酮、吩噻嗪单标储备液。用乙腈将标准储备液稀释成 0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20 和 50 mg/L 不同浓度的工作液。

样品前处理方法: 称取化妆品样品 0.5 g, 置于 10 mL 具塞离心管中, 加入丙酮 6 mL, 超声提取 10 min, 以 15000 r/min 离心 10 min, 将上清液移至 25 mL 具塞管中, 重复提取两次, 每次 2 mL, 合并上清液, 用 30 mmol/L 磷酸二氢钠溶液定容至 25 mL, 混匀。取 5 mL 上述溶液以 15000 r/min 离心 15 min, 上清液过 0.22 μm 滤膜, 待用。

实验结果

2.1 标准样品的色谱图

混合标准样品的色谱如图 1 所示，氯噻酮保留时间为 1.865 min，吩噻嗪保留时间为 3.783 min，吸收波长为 230 nm。

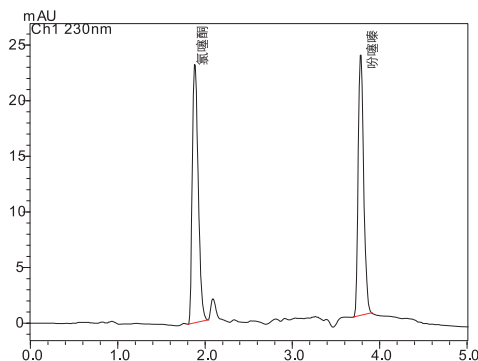


图 11 1 mg/L 标准溶液的色谱图

2.2 线性关系

将 9 个不同浓度的标准工作液，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。氯噻酮线性方程为 $Y = (108916)X + (3903.03)$ ，相关系数为 0.9997；吩噻嗪线性方程为 $Y = (92159.5)X + 2970.50$ ，相关系数为 0.9991，线性关系良好。

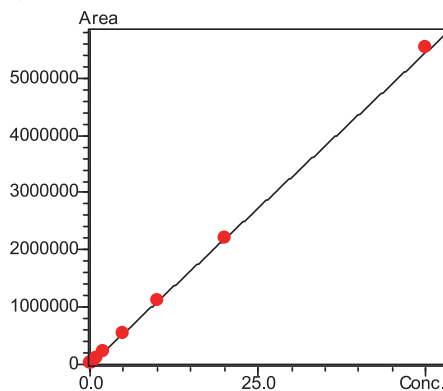


图 2 氯噻酮的标准工作曲线

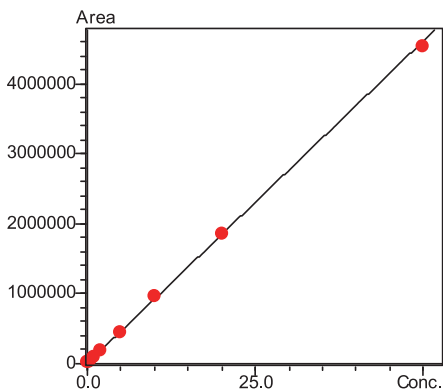


图 3 吩噻嗪的标准工作曲线

2.3 检出限和定量限

0.1 mg/L 的标样色谱图如下所示，按照 ASTM 计算信噪比：氯噻酮信噪比为 30.47，吩噻嗪信噪比为 28.92。以 3 倍信噪比为检测限，计算仪器检出限：氯噻酮检出限为 0.009 mg/L，定量限为 0.03 mg/L；吩噻嗪检出限为 0.01 mg/L，定量限为 0.03 mg/L。

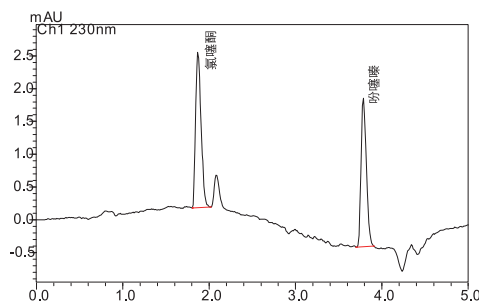


图 4 0.1 mg/L 标准溶液的色谱图

2.4 精密度实验

取标准工作液中 0.5、5.0 和 20.0 mg/L 三个浓度，分别平行进样 7 次，目标化合物的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.07~0.34% 和 0.20~1.86% 之间，仪器精密度良好。

表 4 保留时间和峰面积重复性结果(n=7)

浓度 (mg/L)	保留时间 RSD		峰面积 RSD	
	氯噻酮	吩噻嗪	氯噻酮	吩噻嗪
0.5	0.14%	0.07%	0.44%	1.86%
5.0	0.19%	0.15%	1.02%	1.17%
20.0	0.34%	0.09%	0.20%	0.41%

2.5 基质加标实验

按照 1.3 中样品制备方法，在润肤霜中添加标样，加标含量为 2 mg/kg。0.2 mg/L 标准溶液的色谱图如图 5 所示，润肤霜样品色谱图如图 6 所示，该款润肤霜中含有氯噻酮 0.134 mg/L，吩噻嗪 0.205 mg/L；2 mg/kg 奶粉加标样品的色谱图如图 7 所示。氯噻酮加标回收率为 95.0%；吩噻嗪加标回收率为 89.5%。

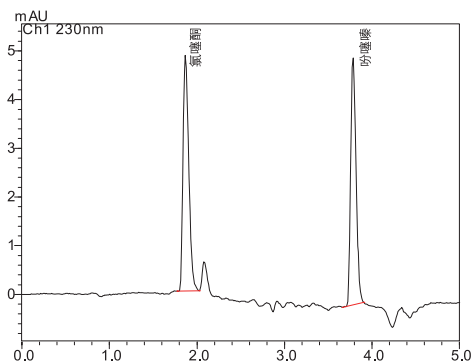


图 5 0.2 mg/L 标准溶液的色谱图

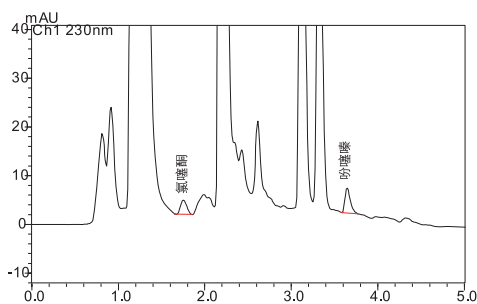


图 6 润肤霜样品色谱图

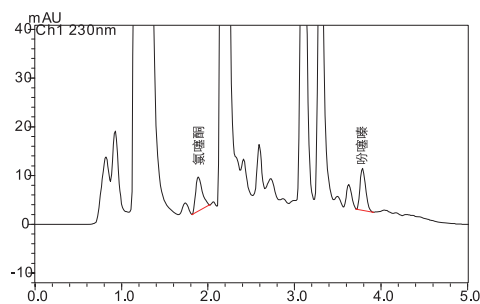


图 7 2 mg/kg 润肤霜加标样品色谱图

实验总结和讨论

本方法采用丙酮进行超声提取化妆品中的氯噻酮和吩噻嗪，前处理方法简单便捷。采用岛津超快速液相色谱进行二元高压梯度洗脱，在 5 min 内完成样品检测，方法线性范围宽，检出限、定量限低于标准要求。可快速完成化妆品中的氯噻酮、吩噻嗪的定性定量检测。