

# LC-40 双进样液相色谱仪测定化妆品中巯基乙酸等 8 种原料

LC-397

**摘要：** 本文使用岛津双进样液相色谱仪建立了快速测定化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测方法。巯基乙酸等 8 种原料 1.0-100.0 mg/L 浓度范围内，其相关系数大于 0.997，各浓度点的回读准确度在 87.8%~109.5% 之间，线性相关性良好。稳定性考察中，8 种组分的保留时间相和峰面积的相对标准偏差分别在 0.004~0.191% 和 0.074~2.845% 之间，仪器精密度良好。双进样液相色谱仪可以实现一次进样同时分析两组样品，既不改变法规方法又可实现分析快速，满足国家药监局公布的《化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测方法》中液相方法的检测需求。

**关键词：** 双进样液相色谱仪 巯基乙酸

## 技术特点：

- ❖ 双进样液相色谱仪可实现一次进样同时分析两组样品，分析效率提升一倍。
- ❖ 不改变现有法规方法条件，满足标准规定。

巯基乙酸酯类是一种常用于化妆品中的化学成分，其主要作用是起到抗氧化和保湿作用，它们通常被用于防止自由基损伤和减少细纹和皱纹。而对于头发而言，巯基乙酸的氧化作用会导致头发表层的鳞片遭到破坏，使头发内部结构处于无保护状态，导致头发内部的水分和营养成分流失，从而使头发的角蛋白发生病变，使头发发黄、发脆，没有弹性，烫发后，头发与衣服上会留下一股难以洗掉的异臭味，这也与巯基乙酸类物质有很大的关系。巯基乙酸与巯基乙酸盐不仅有刺激性、过敏性，还可能破坏人体的造血功

能，甚至诱发淋巴瘤、膀胱癌、乳腺癌、白血病等，添加了这类物质的烫发剂，其安全性一直是公众比较关注的问题。为安全起见，我国《化妆品安全技术规范》对化妆品用烫发剂中巯基乙酸类原料类型、使用范围和限制条件都做出了明确的规定。

参考 8 月 22 日国家药监局发布通告（2023 年第 41 号）中《化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测方法》-液相法，采用岛津双进样液相色谱仪建立测定化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津双进样液相色谱仪，具体配置为：

输 液 泵：LC-40B XR、LC-40D XR (LPGE)  
脱 气 机：DGU-405×2  
自动进样器：SIL-40C XR  
柱 温 箱：CTO-40C

系统控制器：CBM-40  
检 测 器：SPD-M40×2  
色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.97

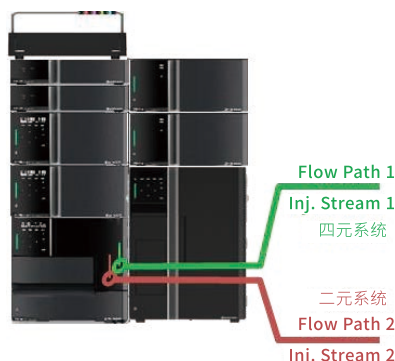


图 1 LC-40 双进样液相色谱仪

### 1.2 系统介绍

该系统有两套独立的色谱流路，共用一个自动进样器；自动进样器有两个进样口，可以将同一瓶号样品（或不同瓶号样品）分别注入两条色谱流路中，然后同时触发两条色谱流路进行样品分析。流路图如下：

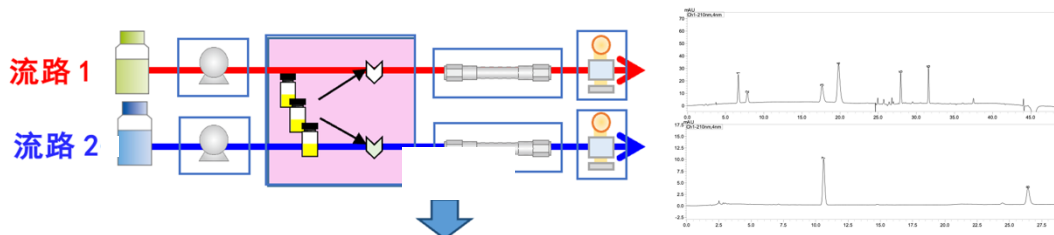


图 2 仪器流路图

- 注：1. 该系统具有两个独立液相流路，既可以同时使用，也可以单独使用。
- 2. 该系统也可配置两个四元系统、两个二元系统或者四元系统 + 二元系统。
- 3. 两个流路检测器可以配置紫外 + PDA; 也可配置 PDA+PDA

### 1.3 分析条件

液相条件

色 谱 柱： Shim-pack GIST C18 (250 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm)， (P/N:227-30017-08, 岛津（上海）实验器材有限公司)

流 动 相： A- 磷酸溶液 (0.05%) B- 含 0.05% 磷酸的乙腈溶液

流 速： 1.0 mL/min 柱 温： 30°C

波 长： 210 nm 进 样 体 积： 20 μL

洗脱方式： 梯度洗脱，两组的梯度程序分别如下图。

分组：

第一组 (G1)，测定 6 种巯基乙酸等原料的梯度条件

表 1 第一组梯度洗脱时间程序

Time(min)	A(%)	B(%)
0	96	4
10.0	96	4
20.0	93	7
20.1	75	25
40.0	10	90
40.1	0	100
50.0	0	100
50.1	96	4
55.0	96	4



图 3 双进样液相色谱的梯度设置界面（流路 1）

第二组 (G2)，测定 2 种巯基乙酸等原料的梯度条件

表 2 第二组梯度洗脱时间程序

Time(min)	A(%)	B(%)
0	50	50
35	20	80
40.0	20	80
40.1	50	50
45.0	50	50



图 4 双进样液相色谱的梯度设置界面 (流路 2)

#### 1.4 混合标准溶液配置

I 组标准工作溶液【巯基乙酸、甘油巯基乙酸、巯基乙酸甲酯、亚二巯基二乙酸、巯基乙酸乙酯、巯基乙酸异丙酯】：取浓度为 1.0 g/L 的各原料标准储备溶液适量于 10 mL 容量瓶中，用乙腈磷酸溶液 (1+9) 稀释，配制浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 和 100.0  $\mu\text{g/mL}$  的标准工作溶液。

II 组标准工作溶液【巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯】：取浓度为 1.0 g/L 的各原料标准储备溶液适量于 10 mL 容量瓶中，用乙腈磷酸溶液 (8+2) 稀释，配制浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 和 100.0  $\mu\text{g/mL}$  的标准工作溶液。

#### 1.5 样品前处理方法

I 组：称取样品 0.25 g (精确到 0.0001 g) 于 25 mL 具塞比色管中，加乙腈磷酸溶液 (1+9) 20 mL，涡旋分散，超声提取 15 min，再用乙腈磷酸溶液 (1+9) 定容至刻度，摇匀，以 10000 rpm 离心 5 min，取上清液作为待测溶液。

II 组：称取样品 0.25 g (精确到 0.0001 g) 于 25 mL 具塞比色管中，加乙腈磷酸溶液 (1+9) 20 mL，涡旋分散，超声提取 15 min，再用乙腈磷酸溶液 (8+2) 定容至刻度，摇匀，以 10000 rpm 离心 5 min，取上清液作为待测溶液。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准溶液色谱图

混合标准溶液 20  $\mu\text{g/mL}$  的色谱图如图 5-6 所示，原料编号同表 3。

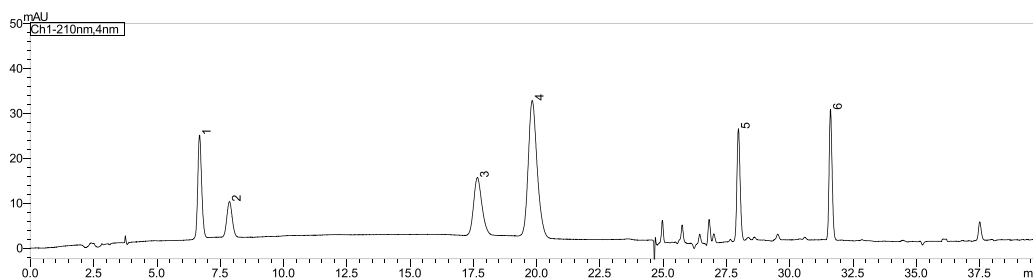


图 5 20  $\mu\text{g/mL}$  标准品溶液色谱图 (流路 1)

(第一组, 1. 巯基乙酸、2. 甘油巯基乙酸酯、3. 巯基乙酸甲酯、4. 亚二巯基二乙酸、5. 巯基乙酸乙酯、6. 巯基乙酸异丙酯)

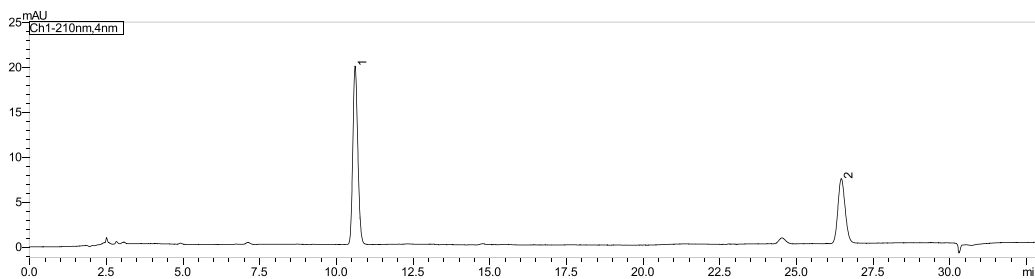


图6 20 µg/mL 标准品溶液色谱图 (流路2)  
(第二组: 1. 巯基乙酸丁酯、2. 巯基乙酸异辛酯)

## 2.2 线性范围

将不同浓度的标准品溶液, 按 1.3 中的分析条件进行测定, 结果显示在 1.0~10.0 mg/L 浓度范围内, 具有较好的线性关系, 线性相关系数 > 0.997, 具体结果见表 3。

表 3 校准曲线参数、保留时间和峰面积重复性及回收率测试结果

No.	化合物名称	CAS	相关系数 r	准确度 (%)	检出限 (µg/g)	RSD% (20 µg/mL)		RSD% (50 µg/mL)		加标浓度 (1000 µg/g)		加标浓度 (2000 µg/g)	
						R.T.	Area	R.T.	Area	检测值 (µg/g)	回收率 (%)	检测值 (µg/g)	回收率 (%)
1	巯基乙酸	68-11-1	0.9994	95.0~108.1	0.11	0.008	0.242	0.014	0.169	1065.1	106.5	1855.8	92.8
2	甘油巯基乙酸酯	30618-84-9	0.9997	87.8~103.1	0.29	0.018	0.299	0.016	0.211	996.5	99.6	2064.6	103.2
3	巯基乙酸甲酯	2365-48-2	0.9999	98.2~109.1	0.33	0.011	0.761	0.010	0.308	951.9	95.2	1943.0	97.2
4	亚二巯基二乙酸	505-73-7	0.9993	89.5~105.5	0.09	0.020	0.577	0.026	0.289	1024.6	102.5	2023.5	101.1
5	巯基乙酸乙酯	623-51-8	0.9999	98.7~106.0	0.09	0.008	0.526	0.004	0.225	1027.8	102.8	1984.6	99.2
6	巯基乙酸异丙酯	7383-61-1	0.9999	93.0~101.4	0.08	0.008	0.695	0.004	0.253	989.8	98.9	1976.3	98.8
7	巯基乙酸丁酯	10047-28-6	0.9999	97.9~109.5	0.44	0.098	0.074	0.191	0.820	974.0	97.4	1973.3	98.7
8	巯基乙酸异辛酯	7659-86-1	0.9999	99.2~104.2	1.09	0.058	0.929	0.143	2.845	1019.7	101.9	2045.9	102.3

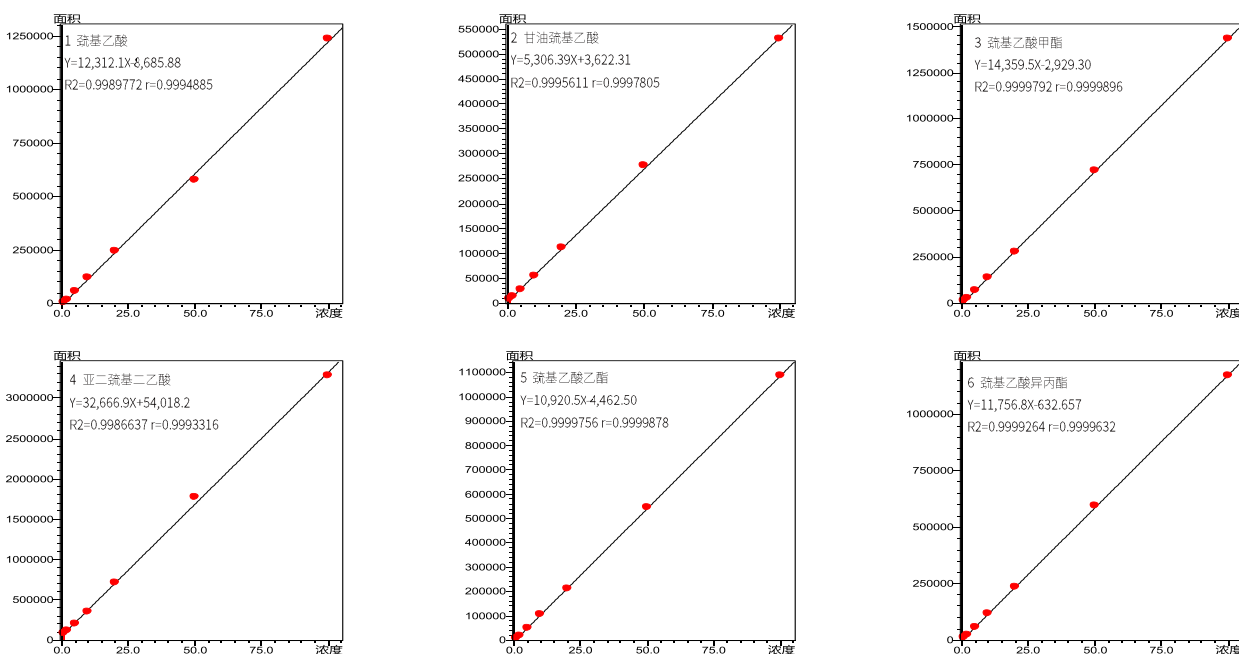


图 7 部分化合物的校准曲线

### 2.3 精密度实验

不同浓度的标准品溶液连续进样 6 次，用于考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。结果显示，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.004~0.191% 和 0.074~2.845% 之间，仪器精密度良好。

### 2.4 加标回收率测试

取化妆品样品，未检出 8 种巯基乙酸原料，以此作为空白样品进行加标测试，加入一定浓度的巯基乙酸标液（加标浓度如表 3 所示），按照 1.5 中样品制备方法，每个浓度平行制备 2 份样品。加标回收率测试结果显示：8 种巯基乙酸的样品加标回收率在 92.8%~106.5% 之间，满足标准测试要求，样品加标回收色谱图如图 8、9 所示，结果如表 3。

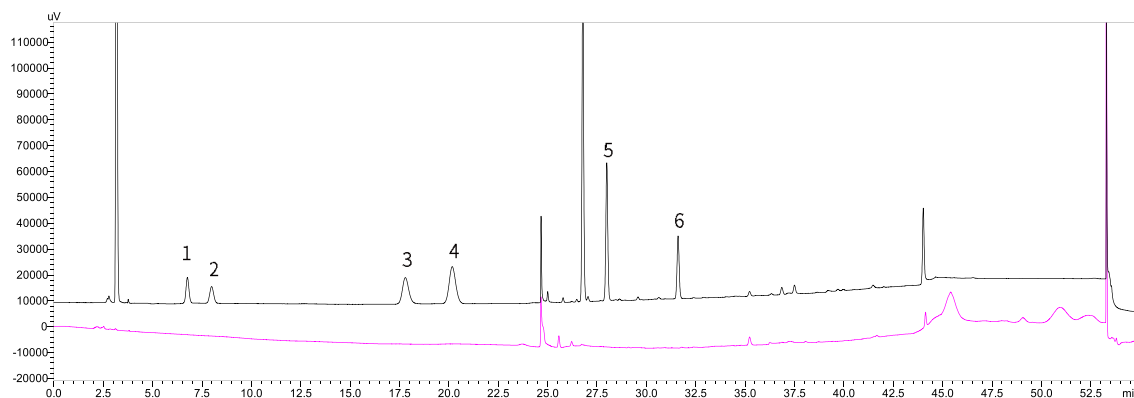


图 8 加标回收色谱图（加标浓度：1000  $\mu\text{g/g}$ ；黑色：加标样品；红色：空白样品）  
（第一组，1. 巯基乙酸、2. 甘油巯基乙酸酯、3. 巯基乙酸甲酯、4. 亚二巯基二乙酸、5. 巯基乙酸乙酯、6. 巯基乙酸异丙酯）

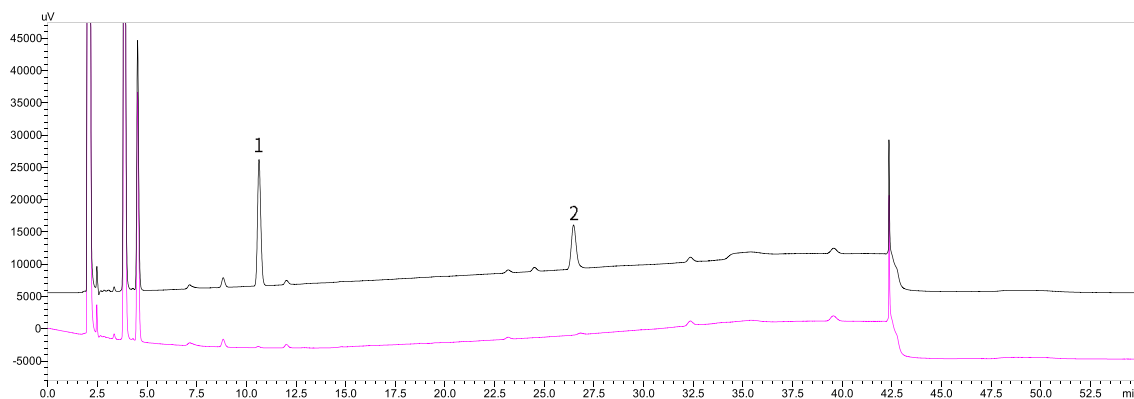


图 9 加标回收色谱图（加标浓度：1000  $\mu\text{g/g}$ ；黑色：加标样品；红色：空白样品）  
（第二组：1. 巯基乙酸丁酯、2. 巯基乙酸异辛酯）

## ■ 结论

本文使用岛津双进样液相色谱仪建立快速测定化妆品中巯基乙酸等 8 种原料含量的方法，并考察了线性、重复性、加标回收率，可以满足国家药监局发布的检测方法《化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测方法》的检测需求。双进样液相色谱仪可以实现一次进样同时分析两组样品，不改变法规方法、分析耗时降低一倍，可供相关行业参考。

岛津应用云

