

化妆品中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚的测定

SGLC-LC-341

摘要：本文建立了化妆品中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚的 HPLC 测定方法。参照 2022 版《化妆品安全技术规范》征求意见稿中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚测定的色谱条件，采用色谱柱 Shim-pack GIST C18-AQ 分析，结果显示， α -熊果苷等 4 个化合物色谱峰峰形良好，相邻峰之间均达到基线分离，满足标准要求。此方法可为化妆品中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚的测定提供参考。

关键词：化妆品 α -熊果苷 β -熊果苷 氢醌 苯酚 Shim-pack GIST C18-AQ HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GIST C18-AQ (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 227-30742-08)；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合标准工作溶液的制备

分别量取 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚标准品 (浓度为 100 μ g/mL) 适量，加甲醇稀释制成每 1 mL 含 α -熊果苷 20 μ g、 β -熊果苷 20 μ g、氢醌 2 μ g 及苯酚 4 μ g 的混合标准溶液，即得。

1.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18-AQ (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 227-30742-08)；

流 速：0.5 mL/min

进样量：5 μ L

柱 温：20 $^{\circ}$ C

检测器：荧光检测器，各化合物检测波长如下：

化合物	激发波长 (nm)	发射波长 (nm)
α -熊果苷	292	337
β -熊果苷	292	337
氢醌	298	345
苯酚	280	318

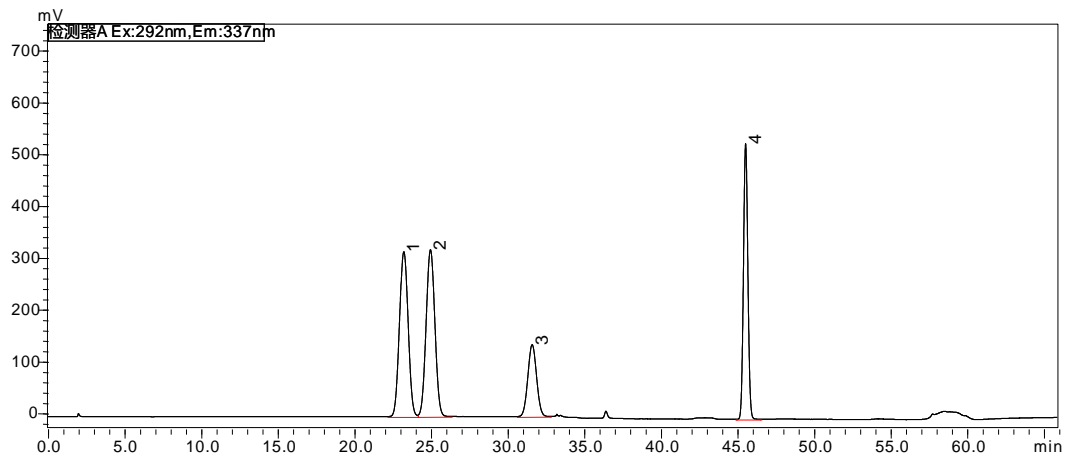
流动相: A: 水; B: 甲醇

梯度程序如下:

时间	0	21	22	43	48	48.1	50	50.1	66
A (%)	95	95	55	50	50	0	0	95	95
B (%)	5	5	45	50	50	100	100	5	5

2. 实验结果

按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 混合标准品溶液色谱图如下:



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	α -熊果苷	23.165	12459316	314966	7696	1.029	--
2	β -熊果苷	24.898	12853007	318239	8559	1.034	1.625
3	氢醌	31.564	5544667	135029	13312	1.03	6.141
4	苯酚	45.618	10668204	516705	109608	1.046	17.082

重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)

α -熊果苷	23.157	23.165	23.019	0.36	12492682	12459316	12359772	0.56
β -熊果苷	25.097	24.898	24.947	0.42	12858846	12853007	12772553	0.38
氢醌	31.736	31.564	31.432	0.48	5497299	5544667	5549726	0.52
苯酚	45.663	45.618	45.572	0.10	10680416	10668204	10630353	0.24

3. 结论

本文建立了化妆品中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚的 HPLC 测定方法。参照 2022 版《化妆品安全技术规范》征求意见稿中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚测定的色谱条件，采用色谱柱 Shim-pack GIST C18-AQ 分析，结果显示， α -熊果苷等 4 个化合物的峰形良好，相邻峰之间均达到基线分离，满足标准要求。此方法可为化妆品中 α -熊果苷、 β -熊果苷、氢醌和苯酚的测定提供参考。