

化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的测定

SGLC-LC-331

摘要：本文建立了化妆品中巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、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、巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯 8 种原料的 HPLC 测定方法。参照化妆品安全技术规范（2022 版）征求意见稿中巯基乙酸等 8 种原料检验方法，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析巯基乙酸等 8 种原料，结果显示，8 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测提供参考。

关键词：巯基乙酸等 8 种原料 化妆品 ShimNex CS C18 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：ShimNex CS C18（5 μm ，4.6 \times 150 mm；P/N：380-01230-02）；

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 各标准储备溶液（单标溶液）的制备

分别称取巯基乙酸、亚二巯基二乙酸标准品适量，加乙腈水溶液（乙腈：水=1：9）溶解并稀释至浓度分别为 1.0 mg/mL 的单标溶液；分别称取甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯标准品适量，加乙腈溶解并稀释至浓度为 10.0 mg/mL 的母液溶液，分别量取以上 4 种母液适量，加乙腈水溶液（乙腈：水=1：9）稀释至浓度分别为 1.0 mg/mL 的单标溶液；分别称取巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯标准品适量，加乙腈溶解并稀释至浓度为 1.0 mg/mL 的单标溶液。

1.3 混合标准工作溶液的制备

I 组混合标准工作溶液：分别准确移取巯基乙酸、亚二巯基二乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯单标溶液适量，加乙腈磷酸混合溶液（乙腈：0.1%磷酸=1：9）稀释至 100 $\mu\text{g/mL}$ ，混匀，备用；

II 组混合标准工作溶液：分别准确移取巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯单标溶液适量，加乙腈磷酸溶液（乙腈：0.1%磷酸=8：2）稀释至 100 $\mu\text{g/mL}$ ，混匀，备用。

1.4 分析条件

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm ，4.6 \times 150 mm；P/N：380-01230-02）

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：210 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：20 μL

流动相：A：磷酸溶液（0.05%）；B：含 0.05%磷酸的乙腈溶液

I 组梯度程序如下：

| | | | | | | | | | |
|---------|----|----|----|-------|----|-------|-----|-------|----|
| 时间（min） | 0 | 6 | 12 | 12.06 | 24 | 24.06 | 30 | 30.06 | 33 |
| A（%） | 96 | 96 | 93 | 75 | 10 | 0 | 0 | 96 | 96 |
| B（%） | 4 | 4 | 7 | 25 | 90 | 100 | 100 | 4 | 4 |

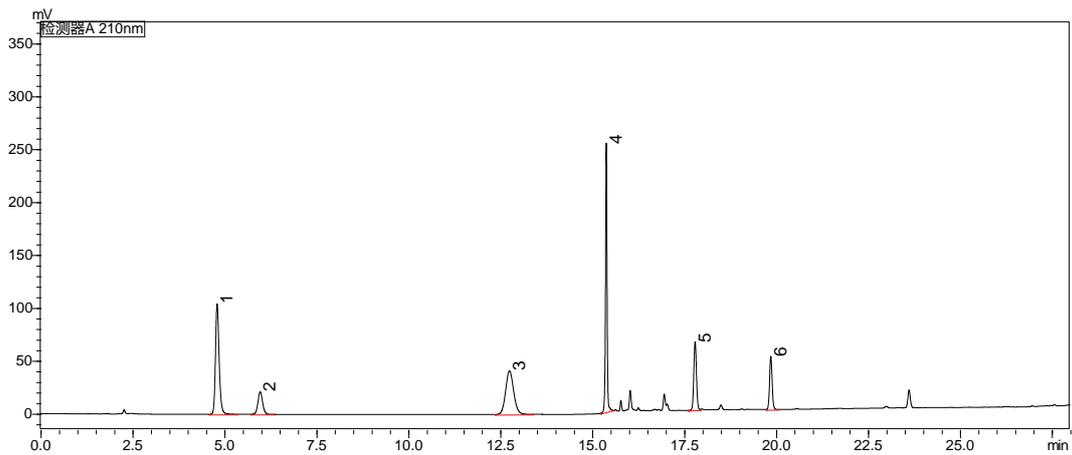
II 组梯度程序如下：

| | | | | | |
|---------|----|----|----|-------|----|
| 时间（min） | 0 | 21 | 24 | 24.06 | 27 |
| A（%） | 50 | 20 | 20 | 50 | 50 |
| B（%） | 50 | 80 | 80 | 50 | 50 |

2. 实验结果

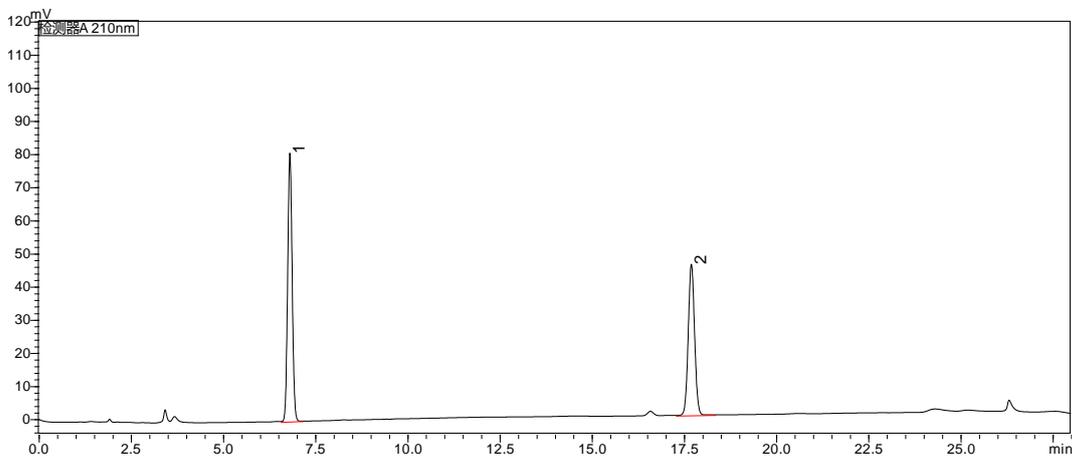
按照上述色谱条件（1.4）进行采集，混合标准工作溶液色谱图如下：

I 组混合标准工作溶液



| 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 | 巯基乙酸 | 4.792 | 807180 | 117859 | 12120 | 1.163 | -- |
| 2 | 甘油巯基乙酸酯 | 5.951 | 184106 | 20983 | 11087 | 1.065 | 5.792 |
| 3 | 巯基乙酸甲酯 | 12.724 | 576445 | 37843 | 16550 | 1.079 | 21.789 |
| 4 | 亚二巯基二乙酸 | 15.375 | 651748 | 199380 | 584417 | 0.966 | 11.138 |
| 5 | 巯基乙酸乙酯 | 17.799 | 314143 | 58656 | 272175 | 1.048 | 22.344 |
| 6 | 巯基乙酸异丙酯 | 19.862 | 254505 | 44033 | 367145 | 1.077 | 15.419 |

II 组混合标准工作溶液



| 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 | 巯基乙酸丁酯 | 6.816 | 683080 | 80993 | 13781 | 1.051 | -- |
| 2 | 巯基乙酸异辛酯 | 17.704 | 542018 | 45566 | 49027 | 1.042 | 39.445 |

重现性

I 组混合标准工作溶液重现性

| 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 (%) |
| 巯基乙酸 | 4.805 | 4.792 | 4.790 | 0.17 | 805189 | 807180 | 805113 | 0.15 |
| 甘油巯基乙酸酯 | 5.976 | 5.951 | 5.948 | 0.26 | 188149 | 184106 | 184791 | 1.17 |
| 巯基乙酸甲酯 | 12.754 | 12.724 | 12.725 | 0.13 | 574563 | 576445 | 579296 | 0.41 |
| 亚二巯基二乙酸 | 15.388 | 15.375 | 15.38 | 0.04 | 657763 | 651748 | 664713 | 0.99 |
| 巯基乙酸乙酯 | 17.802 | 17.799 | 17.796 | 0.02 | 314288 | 314143 | 317347 | 0.57 |
| 巯基乙酸异丙酯 | 19.861 | 19.862 | 19.856 | 0.02 | 255371 | 254505 | 258353 | 0.79 |

II 组混合标准工作溶液重现性

| 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 (%) |
| 巯基乙酸丁酯 | 6.816 | 6.810 | 6.806 | 0.07 | 683080 | 684153 | 683024 | 0.09 |
| 巯基乙酸异辛酯 | 17.704 | 17.692 | 17.688 | 0.05 | 542018 | 540391 | 541024 | 0.15 |

3. 结论

本文建立了化妆品中巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、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、巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯 8 种原料的 HPLC 测定方法。参照化妆品安全技术规范（2022 版）征求意见稿中巯基乙酸等 8 种原料检验方法，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析巯基乙酸等 8 种原料，结果显示，8 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为化妆品中巯基乙酸等 8 种原料的检测提供参考。