

化妆品中禁用物质贝美格 及其盐类的测定 解决方案

1. 前言

贝美格(英文名称: 3-Ethyl-3-Methylglutarimide),能直接兴奋呼吸中枢及血管运动中枢,使呼吸增加, 血压微升。中枢兴奋作用类似戊四氮, 对巴比妥类及其他催眠药有对抗作用。作用维持时间短, 静脉注射后仅能维持 10~20 分钟。

本高效液相色谱(HPLC)解决方案对贝美格进行检测, 是参考 GB/T 40898-2021 《化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法》中方法。适用于需要参照 GB/T 40898-2021 对化妆品中贝美格进行检测的用户参考使用。

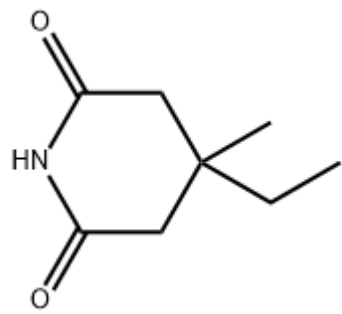


图 1 贝美格(CAS: 64-65-3)

2. 测试方法与仪器设备

2.1 仪器设备与试剂

表2-1 高效液相色谱系统配置清单

序	名称	数量
1	D5101紫外-可见检测器	1台
2	P5102高压恒流泵	1台
3	S5101自动进样器	1台
4	O5101柱温箱	1台
5	M5101组织器	1台
6	Kromstation色谱数据工作站	1套
7	Supersil ODS2 5μm ID4.6×250mm	1支
8	iChrom5100系统工具包	1套
9	1000mL溶剂瓶	2个
10		
11		

表2-2 主要试剂

序	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	水	MilliQ
3	贝美格	≥98%
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		

注：或同等配置其它型号高效液相色谱仪。

表 2-3 主要前处理设备

序号	名称	规格	备注
1	溶剂过滤器	1000 mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08 MPa, 160 W	GM-0.33A
3	精密电子天平		感量为0.0001 g
4	超声波清洗器		频率不低于10 kHz
5	离心机		转速不低于5000 r/min

实验过程中其它玻璃器皿还包括棕色容量瓶(10 mL、100 mL)、10 mL 具塞比色管 50 mL 具塞塑料离心管、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1 mL, 5 mL)、一次性注射器(2 mL)、针筒式滤膜(孔径 0.45 μ m, 有机相)、一次性 PVC 手套、一次性口罩等。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制

贝美格标准储备溶液(100mg/L)

准确称取 10.0 mg 贝美格标准品,置于 100mL 容量瓶中,使用甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,配制成质量浓度为 100 mg/L 的标准储备液。置于 4℃ 保存,有效期 3 个月。

贝美格标准系列工作溶液

使用甲醇将贝美格标准储备液逐级稀释到质量浓度为 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L 和 10 mg/L 系列标准工作溶液。

2.2.2 样品前处理

水剂类样品

称取约 1 g 样品,精确至 0.00 1g,置于 10 mL 具塞比色管中,加入甲醇并定容至刻度,摇匀,超声提取 20 min,将样液转移至具塞塑料离心管中,5000 r/min 离心 15 min 后,上清液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤待测。

2.2.3 色谱条件

表 2-4 梯度条件

流动相: A: 甲醇, B: 水	时间/min	A%	B%	流速 mL/min
色谱柱: Supersil ODS2 5 μ m ID4.6 $\times$ 250mm	0	50	50	1.0
流量: 1.0 mL/min	5.2	50	50	1.0
检测: UV210 nm	6.2	95	5	1.0
进样体积: 10 μ L	9.0	95	5	1.0
柱温: 30 $^{\circ}$ C	10.0	50	50	1.0
	45.0	50	50	1.0

3. 实验结果

3.1 典型分析色谱图

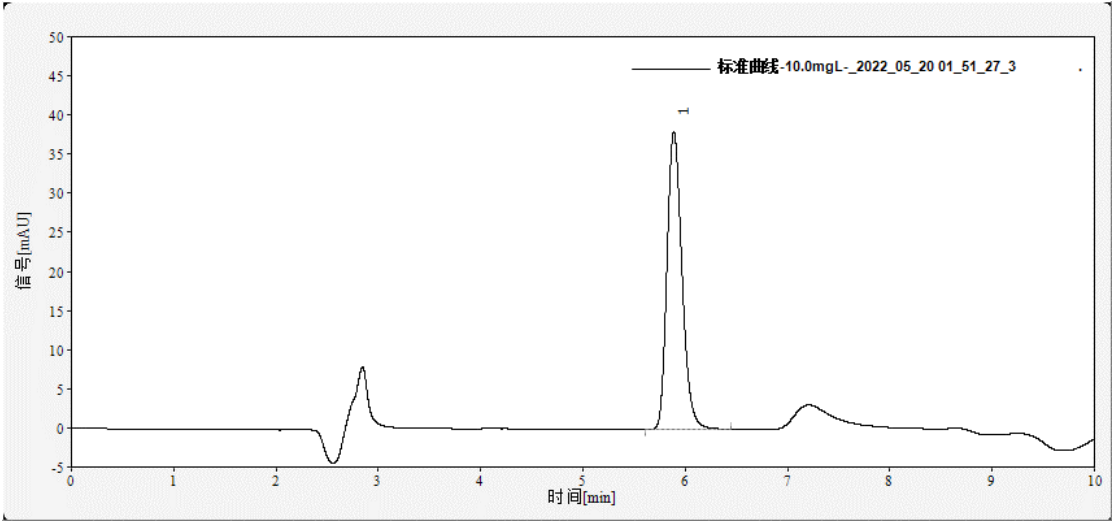


图 3-1 贝美格标准品分析色谱图(10 mg/L)

表 3-1 10 mg/L 的贝美格标液色谱参数表

化合物名称	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	拖尾因子	柱效[N/m]	分离度[-]
贝美格	5.888	388.81	1.18	31600	—

3.2 线性范围

按 GB/T 40898-2021 标准中方法, 配制贝美格的标准溶液, 质量浓度为 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L 和 10 mg/L 五个标点, 计算相关线性系数。

表 3-2 线性参数表

序号	浓度(mg/L)	峰面积[mAU.s]
1	0.5	17.60
2	1	39.86
3	2	76.31
4	5	188.15
5	10	388.41

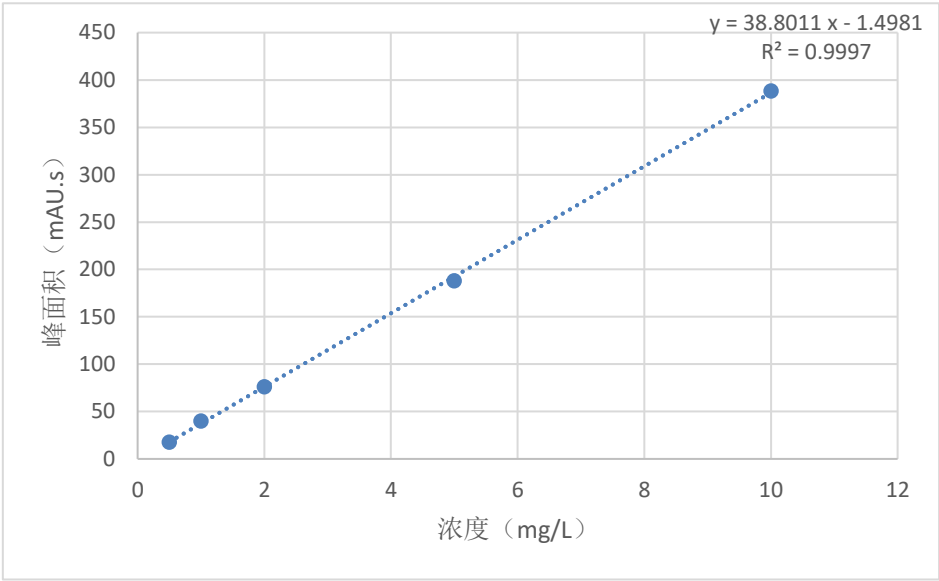


图 3-2 贝美格校准曲线图

根据质量浓度和峰面积数据，得到贝美格的线性曲线方程为： $y = 38.8011x - 1.4981$ ， $R^2 = 0.9997$ 。因此贝美格在 0.5~10 mg/L 浓度范围内，线性关系良好。

3.3 重复性

用浓度为 5 mg/L 贝美格标准溶液，连续进样 5 针，峰面积和保留时间 RSD 结果如下：

表 3-3 重复性参数表 (n=5)

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]
1	5.856	189.29
2	5.868	188.53
3	5.887	189.00
4	5.884	190.05
5	5.888	190.77
RSD%	0.21	0.47

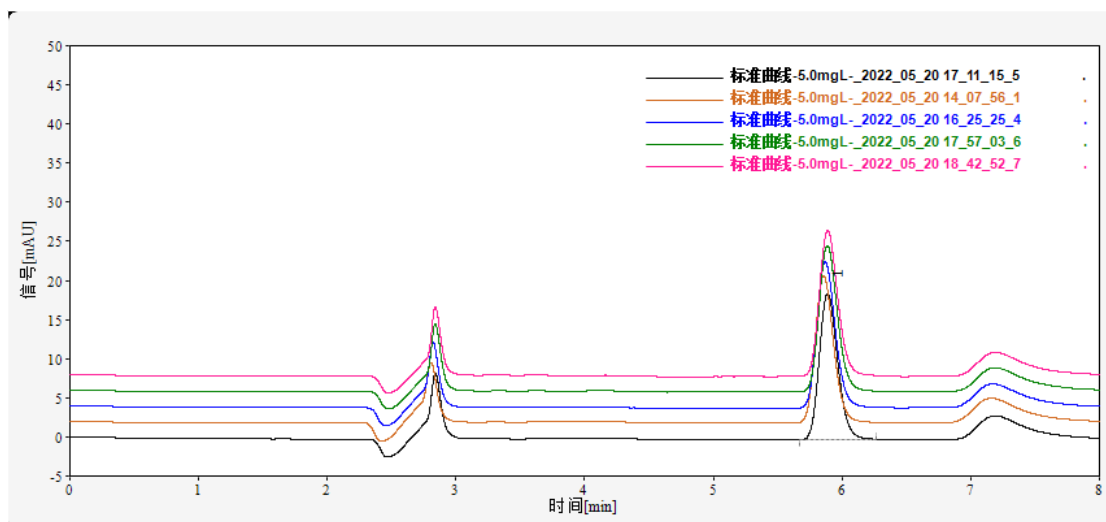


图 3-3 贝美格谱图叠加重复性

3.4 最小检测浓度 LOD/LOQ,

该色谱条件下，仪器的基线噪音为 3.66×10^{-5} AU，根据信噪比 $S/N=3$ ，0.5mg/L 贝美格标准品溶液峰高为 1.78 mAU，根据公式计算得到贝美格的仪器检出限、定量限和方法检出限、定量限，结果如下：

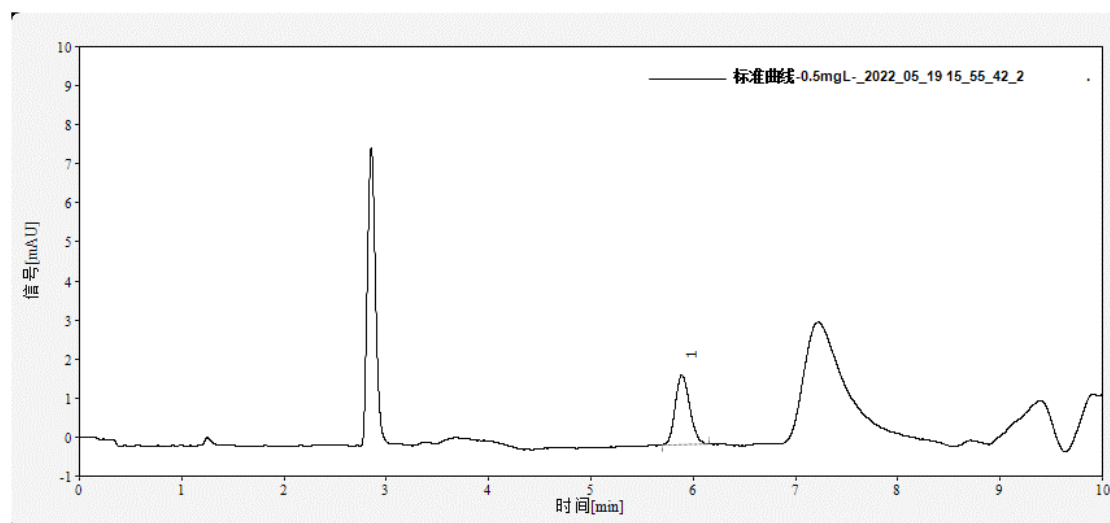


图 3-4 0.5 mg/L 贝美格标准溶液色谱图

表 3-4 检出限、定量限结果表

化合物名称	仪器检出限	仪器定量限	方法检出限	方法定量限	标准要求	
	LOD	LOQ	LOD	LOQ	方法检出限	方法定量限
贝美格	0.03mg/L	0.10mg/L	0.31mg/kg	1.03mg/kg	2mg/kg	5mg/kg

3.5 实际样品分析

3.5.1 爽肤水中贝美格含量分析

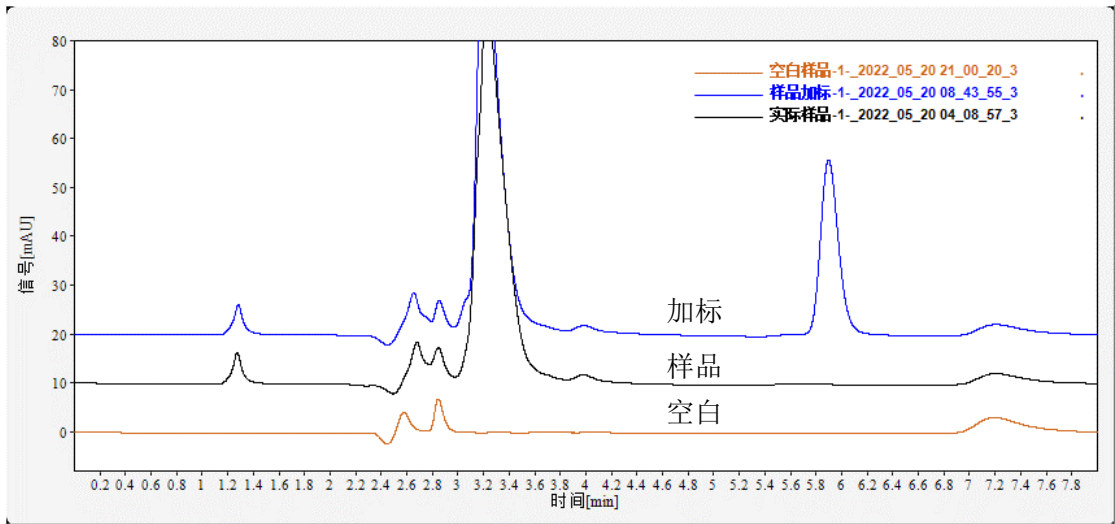


图 3-5 爽肤水中贝美格分析色谱图

根据外标法计算样品中贝美格含量如下：

表 3-5 爽肤水中贝美格含量结果表

样品名称	取样量(g)	峰面积[mAU.s]	分离度	贝美格含量(%)
爽肤水	0.9993	-	-	未检出

3.6 加标回收率

实验结果，

表 3-6 加标回收率结果表

序号	取样量(g)	加标量（mg/kg）	峰面积[mAU.s]	回收率（%）
1	1.0197	100	350.43	90.7
2	1.0191	100	408.77	105.7

4. 结论

综上所述，依利特 iChrom 5100 高效液相色谱仪和 Supersil ODS2 5μm 色谱柱，可以满足 GB/T 40898-2021《化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法》标准方法中贝美格的含量测定要求。

5. 参考资料

GB/T 40898-2021 《化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法》

6. 备注



走进依利特
www.eliteHPLC.com

来到依利特
大连公司
中国·辽宁·大连市高新技术产业园区七贤岭学子街2号
苏州公司
中国·江苏·苏州工业园区金鸡湖大道99号苏州纳米城西北区14栋501

了解依利特
销售服务免费热线：400-66-35483 转 3
(非工作时间请拨打13604289881)

尊享依利特
售后服务免费专线：400-66-35483 转1(仪器)/ 转2(耗材)
(非工作时间请拨打13604289881)

分享依利特



抖音官方账号



微信售后小程序



依利特视频号



依利特服务号



依利特订阅号