

月旭科技 精油中普鲁卡因胺等 6 种组分的测定

1、适用范围

适用于精油中普鲁卡因胺等 6 种组分的检测。

参考标准：《化妆品安全技术规范》（2015 年版）2.23 普鲁卡因胺等 7 种组分

2、溶液的配制

1) 标准储备液：精确称量 10mg 普鲁卡因胺样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。

标准储备液：精确称量 10mg 普鲁卡因样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。

标准储备液：精确称量 10mg 苯佐卡因样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。

标准储备液：精确称量 10mg 利多卡因样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。

标准储备液：精确称量 10mg 丁卡因样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。

标准储备液：精确称量 10mg 辛可卡因样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。

2) 普鲁卡因胺等 6 种组分标准工作液：精确移取 6 种储备液各 1mL，用甲醇定容至 10mL，即 0.1mg/mL 工作液。

3) 流动相 B：0.01mol/L 磷酸氢二钠：3.58g 十二水合磷酸氢二钠，950mL 水溶解，用磷酸调节至 pH=7，定容至 1L。

4) 1%三氯乙酸：10g 三氯乙酸，用水定容至 1L。

5) 1%甲酸甲醇：1mL 甲酸与 99mL 甲醇互溶。

6) 5%氨水甲醇：5mL 氨水与 95 甲醇互溶。

7) 50%甲醇水：50mL 甲醇与 50mL 水互溶

8) 乙腈饱和正己烷溶液：乙腈：正己烷=1：1，超声 30min，静止 2h，取上层液。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

3、提取步骤

精确称取 0.5g 样品

加入 2mL 乙腈饱和正己烷溶液，涡旋 1min，超声 10min，再加入 8mL1%三氯乙酸，2mL 乙腈提取，涡旋 1min，超声 10min，离心 5000rpm 下 50min，移取上清液；

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SCX 规格：60 mg/3mL。

活化：3mL 甲醇、5 mL 1%三氯乙酸，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：3mL1%甲酸甲醇，弃去；

洗脱：10mL 的 5%氨水甲醇，抽干，收集于离心管中，

复溶：40℃氮吹至干，用 50%甲醇水定容至 10mL，过 0.22μm 有机滤膜，供液相色谱仪测定。

5、注意事项

加标水平：在 0.5g 样中加入 200μL 0.1mg/mL 的普鲁卡因胺等 6 种组分标准工作液，加标水平 40mg/kg，机度数 2mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB- C18 4.6×250mm, 5μm

流动相：A-甲醇，B-0.01mol/L 磷酸氢二钠（梯度）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：230nm

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

时间	流速 (mL/min)	%A	%B
0.000	1.000	60.0	40.0
6.000	1.000	60.0	40.0
10.000	1.000	80.0	20.0
18.000	1.000	80.0	20.0
19.100	1.000	60.0	40.0
30.000	1.000	60.0	40.0

7、色谱图或者加标回收率结果

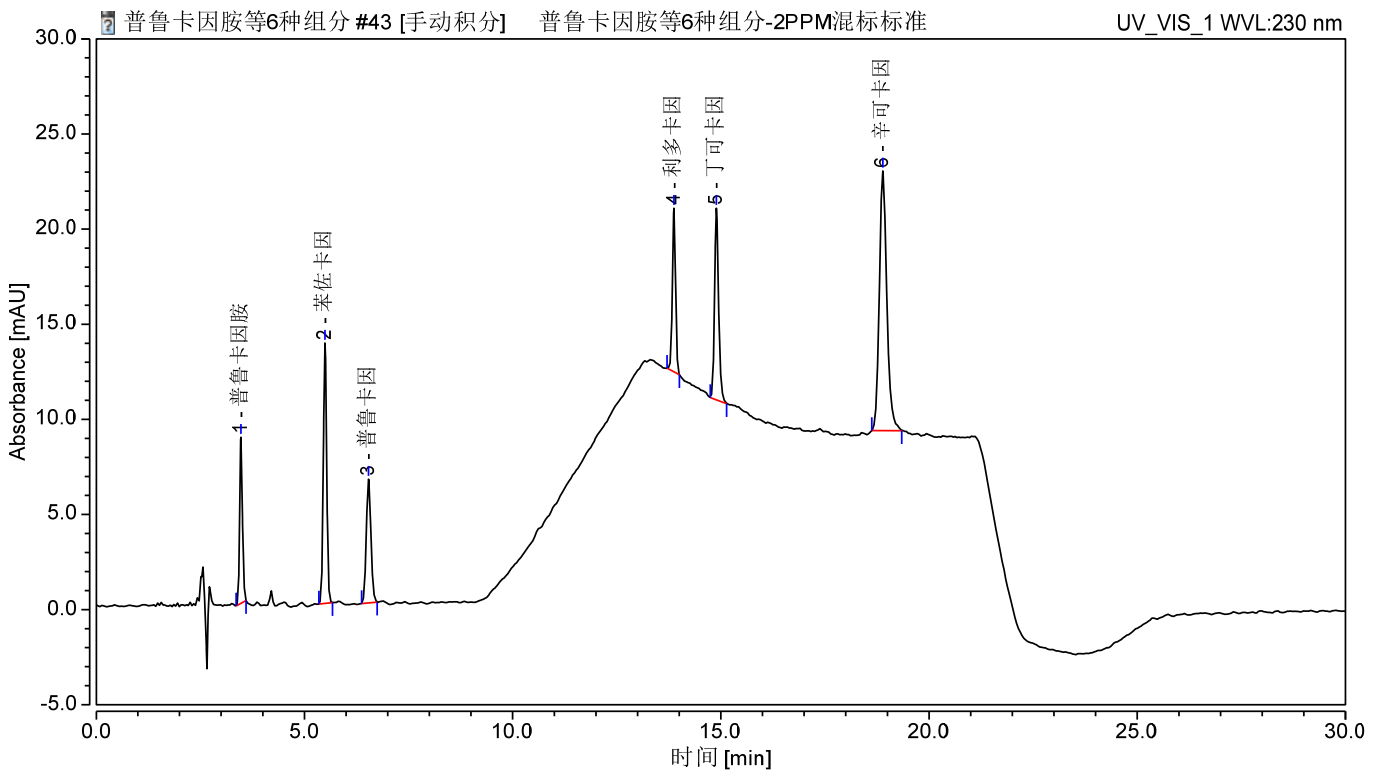


图 1.普鲁卡因胺等 6 种组分 2mg/L 标准图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

1	普鲁卡因胺	3.473	0.669	8.730	8.90	1.20	15.23	13484
2	苯佐卡因	5.493	1.276	13.683	16.97	1.03	6.01	22563
3	普鲁卡因	6.538	0.839	6.502	11.16	1.09	43.37	16698
4	利多卡因	13.875	0.754	8.602	10.04	1.00	6.61	164511
5	丁卡因	14.893	1.137	10.076	15.13	1.21	16.45	120133
6	辛可卡因	18.888	2.843	13.649	37.81	1.22	n. a.	57496

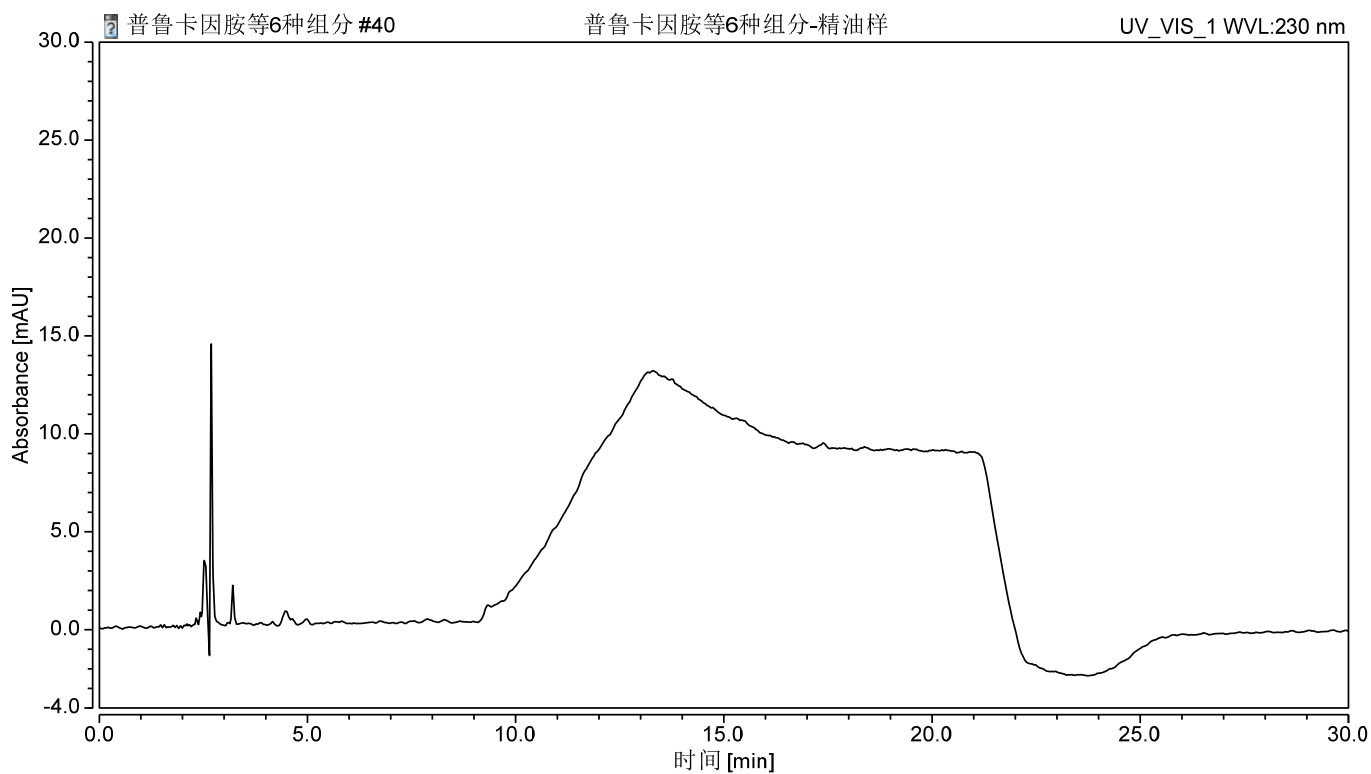


图 2. 精油样过柱图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

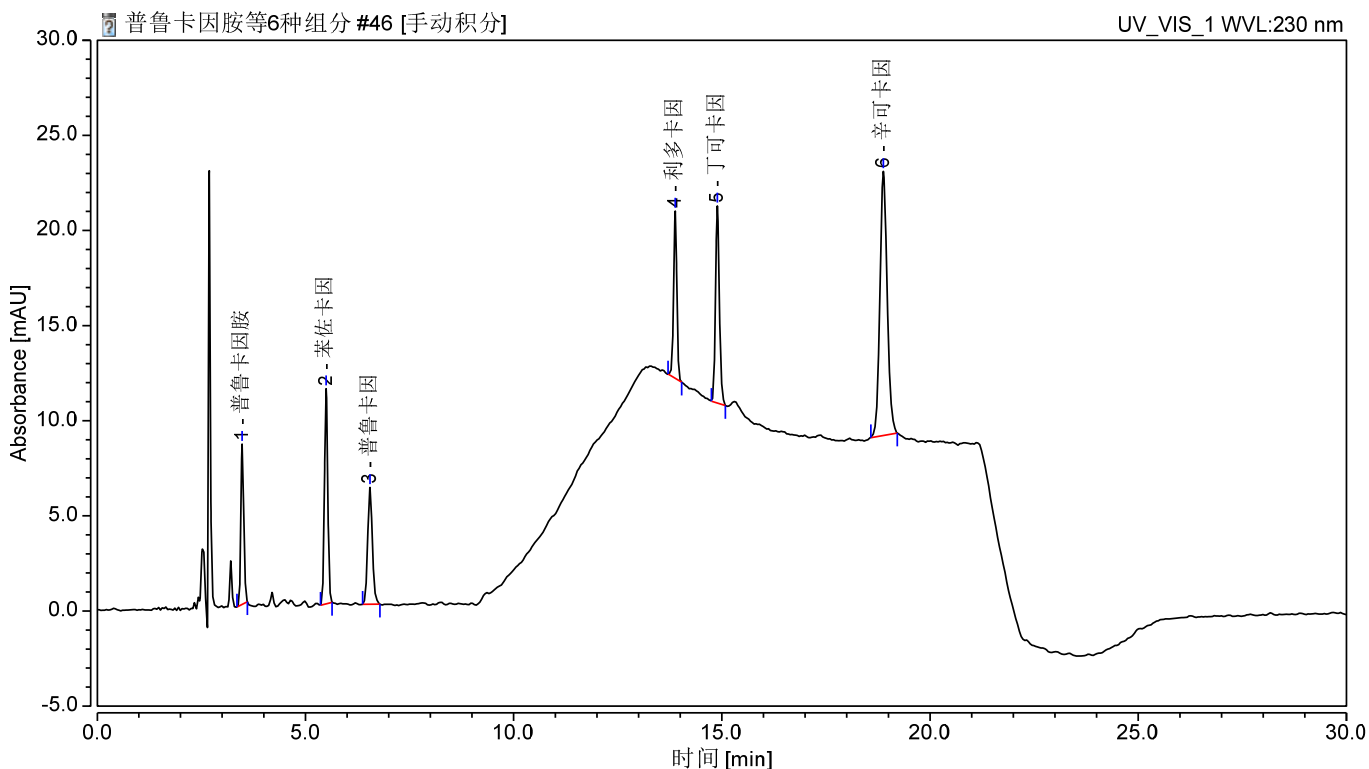


图 3. 精油样加标 40mg/kg 过柱图谱

表 1.加标回收表

	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
1	普鲁卡因胺	40	99.07%	1.18%
2	苯佐卡因	40	86.01%	4.68%
3	普鲁卡因	40	97.50%	2.24%
4	利多卡因	40	105.60%	3.98%
5	丁卡因	40	99.42%	1.46%
6	辛可卡因	40	99.16%	0.83%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom®P-SCX , 60mg/3ml, 30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB- C18, 4.6×250mm, 5μm
	普鲁卡因胺	CAS: 51-06-9
	苯佐卡因	CAS: 94-09-7
	普鲁卡因	CAS: 59-46-1
	利多卡因	CAS: 137-58-6
	丁卡因	CAS: 94-24-6
	辛可卡因	CAS: 85-79-0
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22μm, 100pk

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com