

月旭科技 保湿乳中普鲁卡因胺等 6 种组分的测定

1、适用范围

适用于保湿乳中普鲁卡因胺等 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

3、提取步骤

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

精确称取 0.5g 样品

1) 用 8mL1%三氯乙酸, 2mL 乙腈提取, 涡旋 1min, 超声 20min, 离心 5000rpm 下 50min, 移取上清液;

2) 重复 1) 2 次, 移取上清液, 合并 3 次上清液, 待净化

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: 3mL 1%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

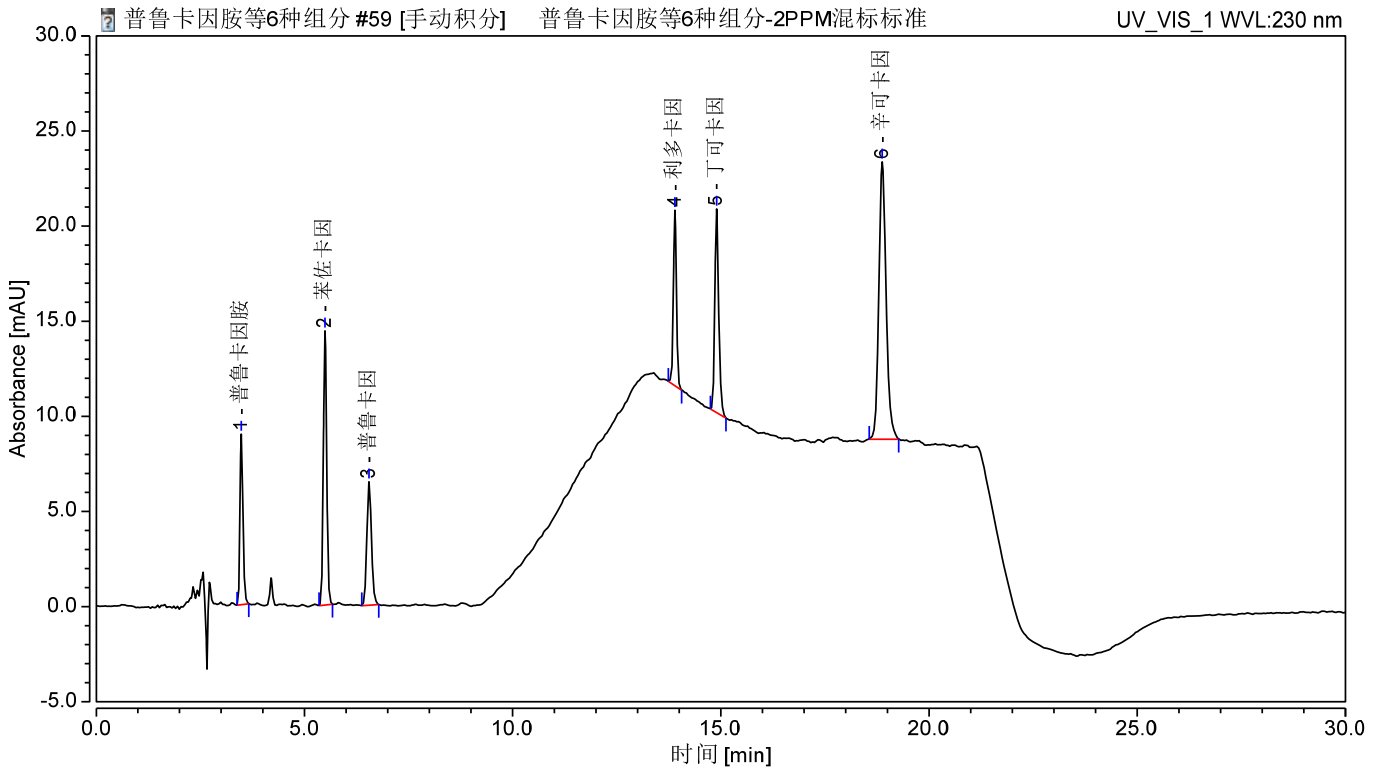


图 1.普鲁卡因胺等 6 种组分 2mg/L 标准图谱

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	3.483	0.715	8.966	9.19	1.27	15.11	12985
2	苯佐卡因	5.493	1.333	14.413	17.13	1.07	6.14	23121
3	普鲁卡因	6.552	0.839	6.487	10.78	1.11	44.00	16971
4	利多卡因	13.897	0.790	9.221	10.15	1.05	6.69	173053
5	丁卡因	14.898	1.166	10.701	14.98	1.22	16.83	127898
6	辛可卡因	18.875	2.939	14.575	37.77	1.19	n. a.	60448

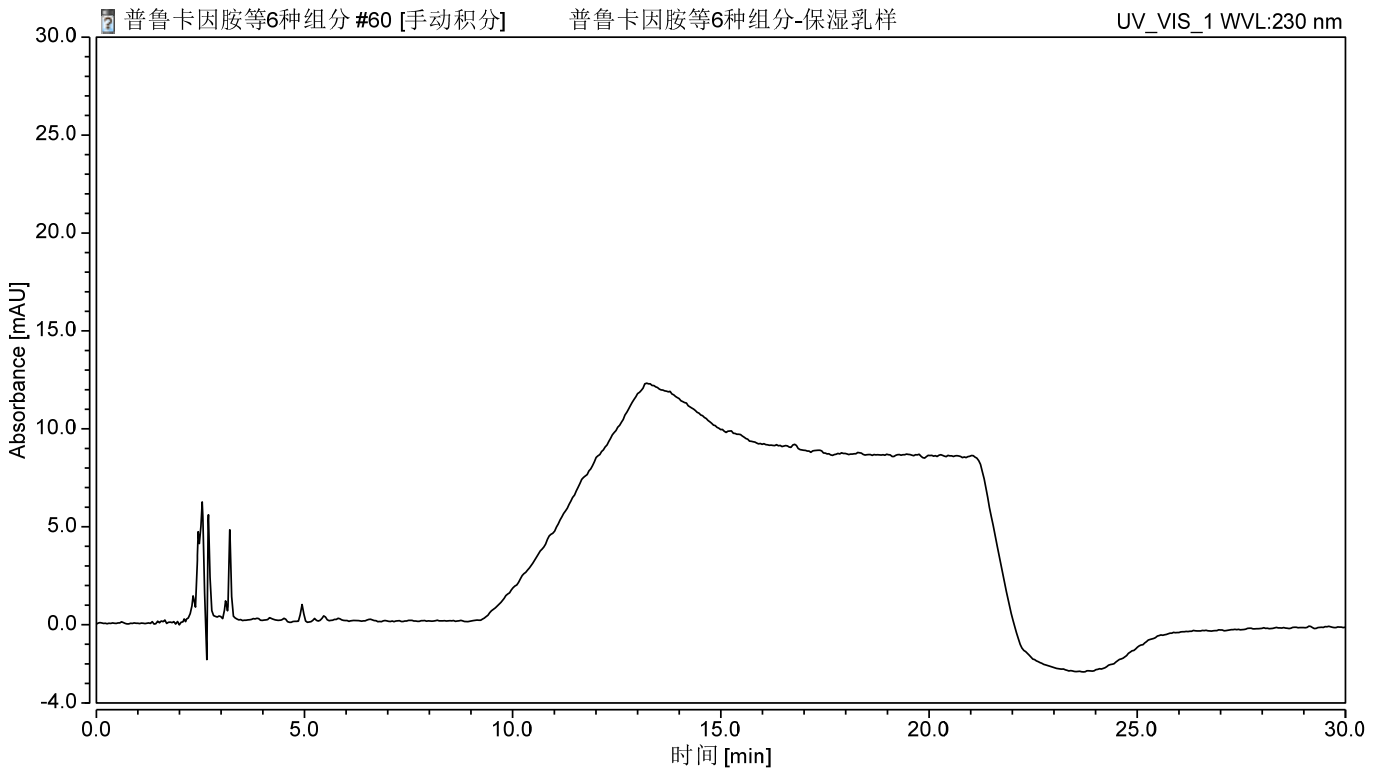


图 2. 保湿乳样过柱图谱

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

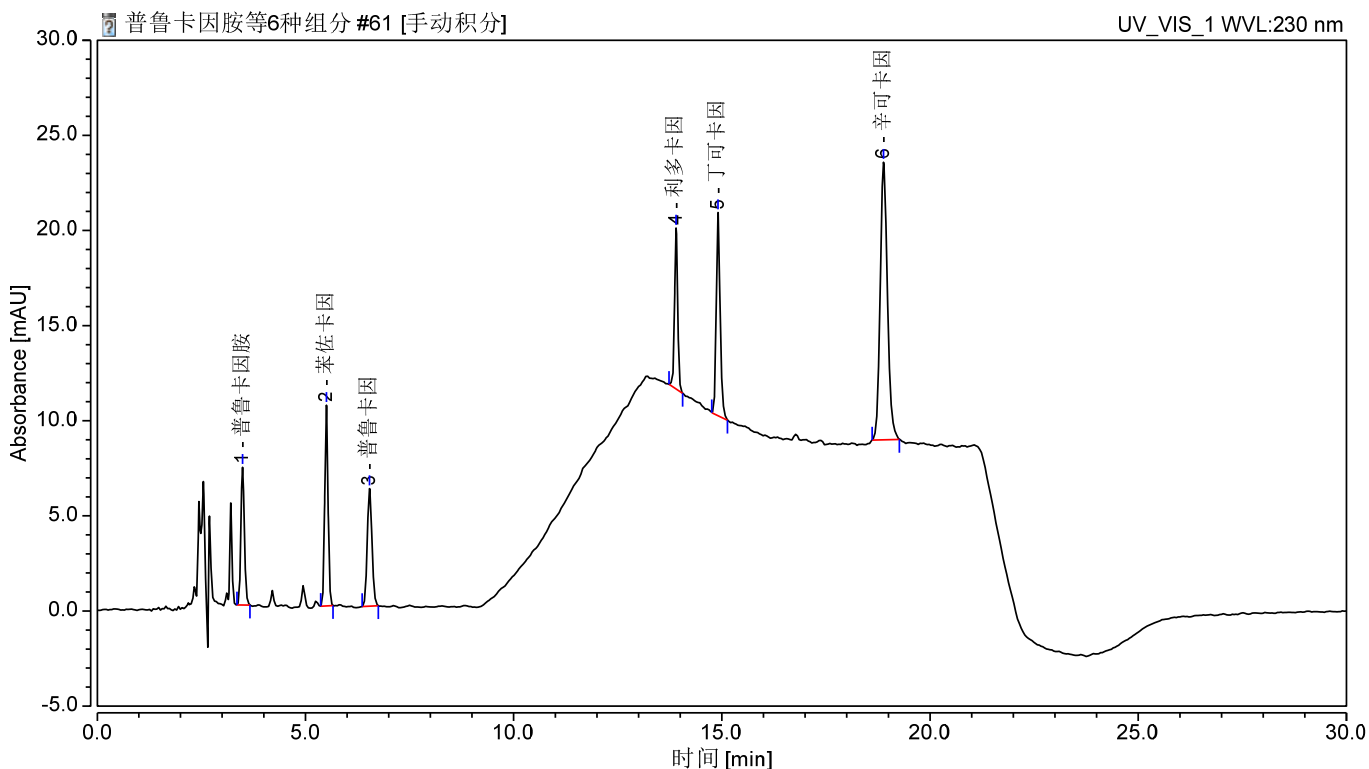


图 3. 保湿乳样加标 40mg/kg 过柱图谱

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	95.71%	0.51%
2	苯佐卡因	40	75.43%	5.01%
3	普鲁卡因	40	95.46%	2.29%
4	利多卡因	40	95.03%	1.65%
5	丁卡因	40	98.87%	1.50%
6	辛可卡因	40	100.37%	1.01%

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: 321000 E-mail: lingyuyu@welchmat.com