化妆品中甲巯咪唑含量的测定解决方案

ELITEHPLC

1. 前言

2-巯基-1-甲基咪唑 (2-Mercapto-1-methylimidazole，简称：甲巯咪唑，图 1)，是抗甲状腺药物，孕妇、肝功能异常、粒细胞减少者应慎用。

本高效液相色谱(HPLC)解决方案对甲巯咪唑进行检测，是参考 GB/T 40894-2021《化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法》中高效液相色谱-紫外检测法。适用于需要参照 GB/T 40894-2021 对化妆品中甲巯咪唑进行检测的用户参考使用。

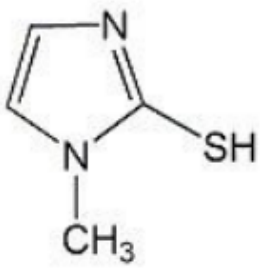

图 1　2-巯基-1-甲基咪唑(CAS: 60-56-0)

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	DAD3100二极管阵列检测器	1台
2	P3100高压恒流泵	1台
3	Kromstation色谱数据工作站	1套
4	TP3100溶剂托盘	1个
5	Supersil AQ C18 5 μm	1支
6	EClassical 3100系统工具包	1套
7	1000 mL溶剂瓶	2个
8	O3100柱温箱	1台
9	S3100自动进样器(选配)	1台
10		
11		
12		

表2-2　主要试剂

序	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	水	MilliQ
3	2-巯基-1-甲基咪唑	分析纯，≥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	d=0.0001 g	
4	涡旋振荡器		混合
5	超声震荡器	频率＞40 kHZ	混合
6	离心机	最大10000 r/min以上	分离

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 塑料离心管、移液枪(0~1000 μL，0~5000 μL)、移液枪枪头(1 mL，5 mL)、一次性注射器(1 mL)、针筒式滤膜(0.22 μm，PTFE，疏水)、进样针、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

甲巯咪唑标准储备溶液(1mg/mL)

准确称取 10.0 mg 甲巯咪唑标准品，置于 10 mL 容量瓶中，使用甲醇定容至刻度，配制成质量浓度约为 1 mg/mL 储备液。置于-18 ℃冷藏。

甲巯咪唑标准系列工作溶液

使用 50%（体积分数）甲醇水溶液稀释甲巯咪唑储备液，配制成质量浓度为 0.1 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 和 100 mg/L 系列标准工作溶液。

2.2.2 样品前处理

提取

将某化妆品试样 1.0 g（精确至 0.001 g）于 10 mL 具塞刻度离心管中，加入甲醇至近 10mL，涡旋振荡 1min 混匀，定容至 10mL。超声 10 min，10000 r/min 离心分离 5 min。取上清液 1.0 mL 加 1.0 mL 超纯水混合均匀，经 0.22 μm 滤膜过滤待测。

2.2.3 色谱条件

流动相：甲醇/水=10/90（v/v）
色谱柱：Supersil AQ C18 5μm ID4.6×250 mm
流量：1.0 mL/min
检测：UV253 nm
进样体积：20 μL
柱温：35 ℃

表 2-4　梯度条件

时间 /min	A% （甲醇）	B% （水）	流速 mL/min
0	10	90	1.0

3. 实验结果

3.1 典型分析色谱图

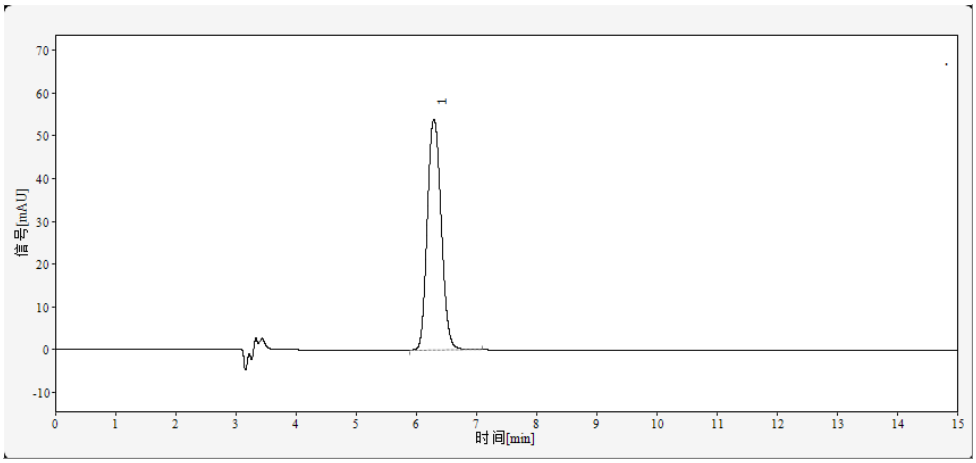

图 3-1　甲巯咪唑标准品分析色谱图(5 mg/L)

表 3-1　5 mg/L 的甲巯咪唑标液色谱参数表

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[-]
甲巯咪唑	6.292	850.04	1.13	13860	--

3.2 线性范围

参照 GB/T 40894-2021 标准中方法，配制甲巯咪唑的标准溶液，质量浓度为 0.1 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 和 100 mg/L 的八个标点，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	0.1	15.74
2	0.5	83.12
3	1	169.45
4	5	850.04
5	10	1718.46
6	20	3176.14
7	50	8352.80
8	100	17346.87

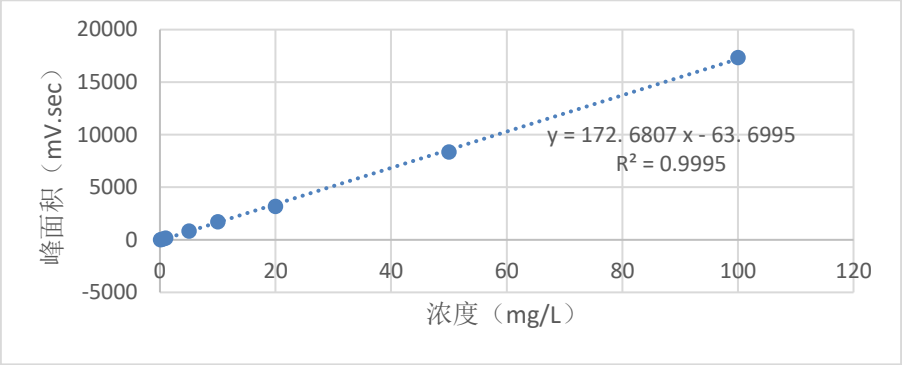

图 3-2　甲巯咪唑校准曲线图

根据质量浓度和峰面积数据，得到甲巯咪唑的线性曲线方程为：y＝172.6807x－63.6995，R^2 = 0.9995。因此甲巯咪唑在 0.05~100 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 甲巯咪唑标准溶液，连续进样 7 针，峰面积和保留时间 RSD 结果如下：

表 3-3　重复性参数表（n=7）

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]
1	6.292	851.14
2	6.288	849.98
3	6.293	850.98
4	6.292	850.04
5	6.285	849.59
6	6.291	848.54
7	6.296	850.41
RSD%	0.06	0.10

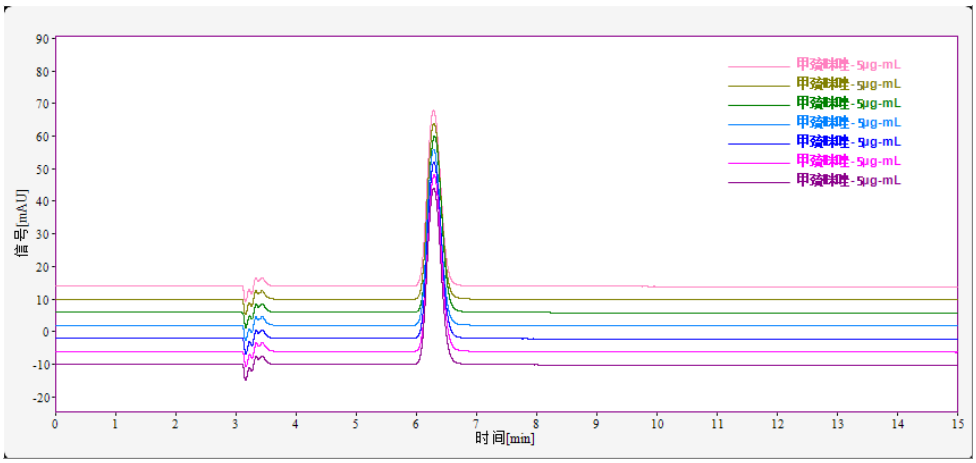

图 3-3　甲巯咪唑谱图叠加重复性

3.4 最小检测浓度 LOD/LOQ，

该色谱条件下，仪器的基线噪声为 0.0168 mAU，根据信噪比 S/N=3，计算得到甲巯咪唑的仪器最小检测浓度为 0.005 mg/L，实际方法检出限为 0.104 mg/kg。

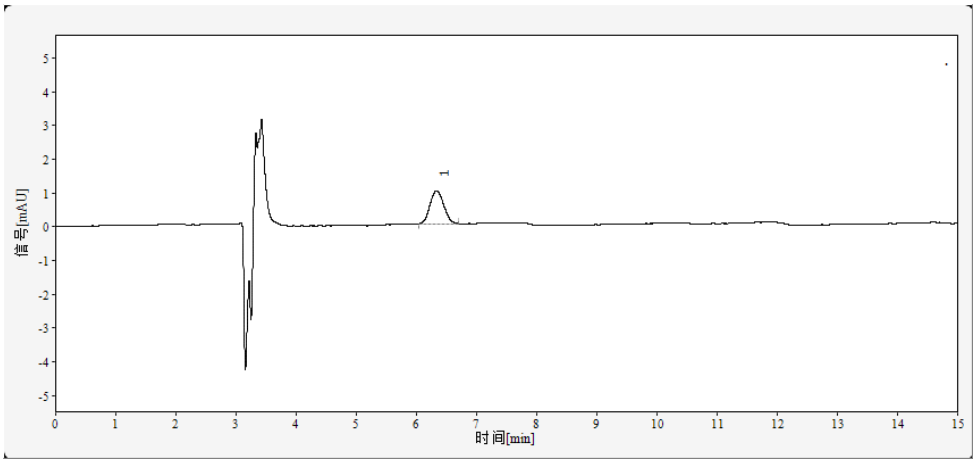

图 3-4 0.1 mg/L 甲巯咪唑标准溶液色谱图

化合物名称	仪器检出限 LOD	仪器定量限 LOQ	方法检出限 LOD	方法定量限 LOQ	标准要求	
					方法检出限	方法定量限
甲巯咪唑	0.005	0.017	0.104	0.347	0.33	1.0

注：表格中检出限单位均为 mg/L，定量限单位均为 mg/kg

3.5 实际样品分析

3.5.1 某化妆品中甲巯咪唑的含量分析

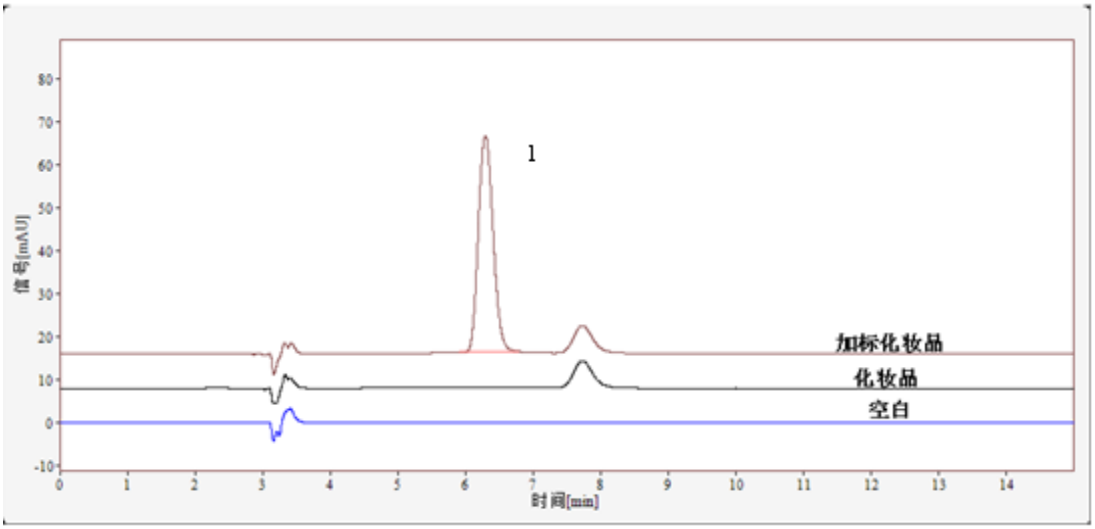

图 3-5　某化妆品中甲巯咪唑分析色谱图

根据外标法计算样品中甲巯咪唑含量如下：

表 3-5　某化妆品中甲巯咪唑含量结果表

样品名称	取样量(mg)	峰面积[mAU.s]	分离度	甲巯咪唑含量(%)
某化妆品	1.0 (20 μL)	--	--	未检出

3.6 加标回收率

实验结果，

样品名称	加标浓度(mg/L)	峰面积[mAU.s]	实测浓度(mg/L)	回收率(%)
加标 1	5	783.60	4.91	98.14
加标 2	5	778.76	4.88	97.58

4. 结论

综上所述，依利特 EClassical 3100 高效液相色谱仪和 Supersil AQ C18 5 μm 色谱柱，可以对 GB/T 40894-2021《化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法》标准方法中甲巯咪唑的含量测定要求。

5. 参考资料

GB/T 40894-2021《化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 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

本应用中信息仅供参考，提供数据除注明外为本公司特定条件下的实验数据。