

化妆品中硫柳汞的测定——HPLC 法解决方案

硫柳汞是一类含汞的有机化合物，由于硫柳汞具有美白功效，一些不法商人将汞类化合物违法添加至化妆品中。我国《化妆品卫生规范》对化妆品中硫柳汞含量和范围作了相关规定，用量不超过 0.007%，仅限用于眼部化妆品中。

目前检测硫柳汞的文献方法较少，主要有化学滴定法、分光光度计法、HPLC-UV 和 HPLC-ICP-MS 等方法。目前的检测方法在耗材成本、干扰排除、测试范围等方面均存在一定的局限性。高效液相色谱法选择性强、灵敏度高、分离度好，是具有一定研究基础与推广意义的分析方法。

方法优势：

迪马科技建立固相萃取-高效液相色谱法检测化妆品中硫柳汞，样品用甲醇溶解后，使用固相萃取柱进行净化，高效液相色谱法检测。

- (1) 方法定量限是 35.0 mg/kg(以汞计)，低于化妆品卫生规范的规定，回收率达 80%以上；
- (2) 本方法操作简单，净化效果好，同时保证结果的准确性、重现性；
- (3) 本方案适用于各省市出入境、质检、疾控、食品药品检验所、第三方检测机构、高校和科研院所等。

以下为详细解决方案，敬请参考！

化妆品中硫柳汞的测定——HPLC 法

1、适用范围

本方案适用于卸妆液、眼霜、睫毛膏、眼影等眼部化妆品中硫柳汞的检测；本方法定量限是 35.0 mg/kg（以汞计）。

2、卸妆水

2.1 提取

摇匀样品，取 0.5 mL，加入 5 mL 甲醇，充分摇匀 2 min，待净化。

2.2 净化——ProElut LLG 6 mL（Cat#：65916）

a 活 化： 5 mL 甲醇、10 mL 10%甲酸甲醇、10 mL 甲醇活化；

- b 上 样: 加入待净化液, 弃去流出液;
c 淋 洗: 加入 5 mL 甲醇, 弃去流出液;
d 洗 脱: 加入 3 mL 10%甲酸甲醇, 收集流出液; 用 10%甲酸甲醇定容至 3 mL, 混匀, 供 HPLC 分析。

3、眼影、眼霜、睫毛膏、眼部凝胶、眼线液、眼线膏、眉笔

3.1 提取

取样品 0.5 g, 加入 10 mL 甲醇, 充分振摇 1 min (较粘样品可适当超声辅助溶解), 6000 rpm 下离心 2 min, 收集上清液, 取 5 mL 上清液待净化。

3.2 净化——ProElut NH2 200 mg/3 mL (Cat#: 63303)

- a 活 化: 3 mL 甲醇、6 mL 10%甲酸甲醇、6 mL 甲醇活化;
b 上 样: 加入待净化液, 弃去流出液;
c 淋 洗: 加入 3 mL 甲醇, 弃去流出液;
d 洗 脱: 加入 3 mL 10%甲酸甲醇, 收集流出液; 用 10%甲酸甲醇定容至 3 mL, 混匀, 供 HPLC 分析。

4、色谱条件

色谱柱: Spursil C18, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat#: 82006)

流 速: 1.0 mL/min 进样量: 20 μL 柱 温: 35 °C

检测器: PDA 240 nm

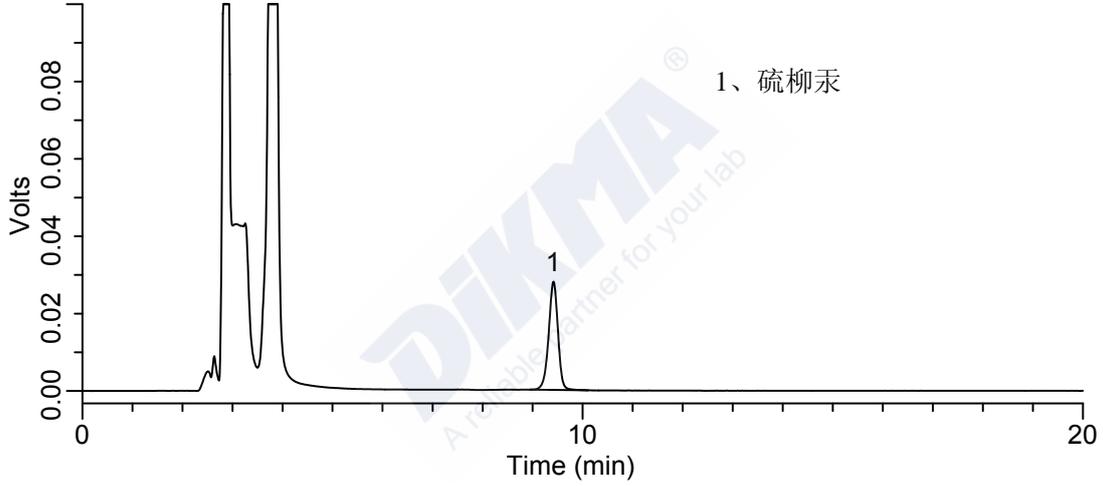
流动相: 50 mmol/L 乙酸铵: 甲醇=60: 40

5、添加回收结果

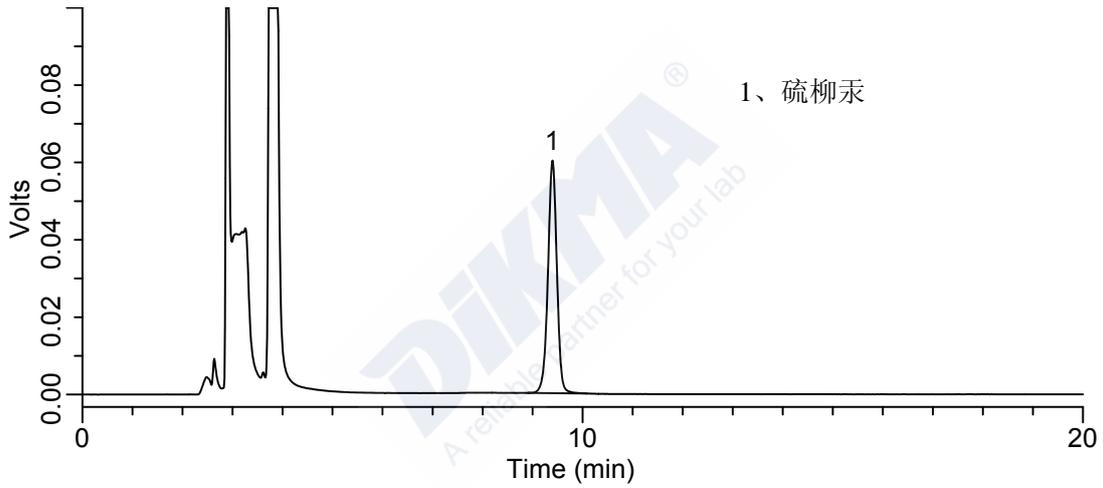
化妆品中硫柳汞 HPLC 检测添加回收结果

样品	添加水平 mg/kg (以汞计)	平均回收率 (%)	RSD(%) (n=6)
卸妆液	35	90.73	9.83
	70	94.80	3.52
	140	84.08	10.38
眼霜	35	93.67	6.84
	70	104.55	5.92
	140	106.91	7.39
眼线液	35	84.09	10.30
	70	105.40	4.81

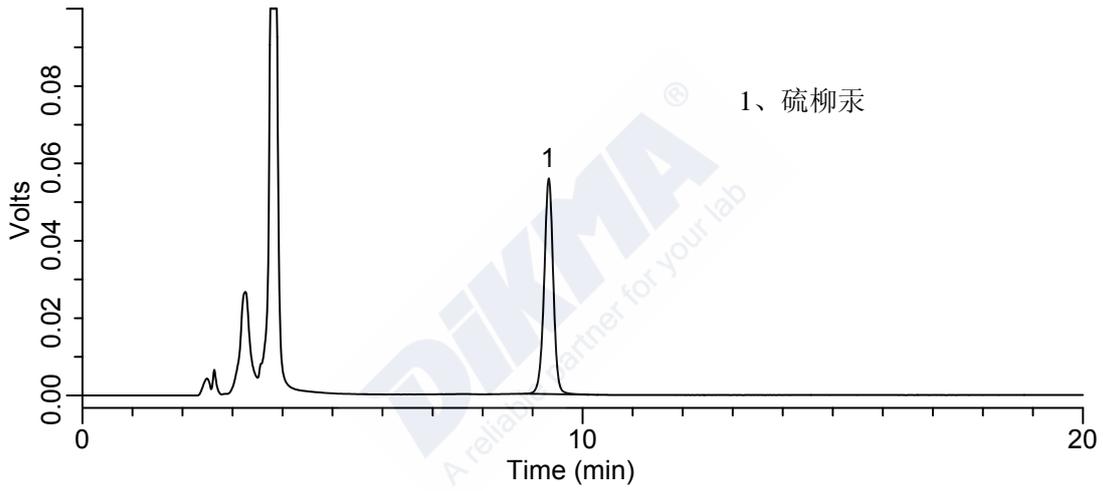
	140	94.06	2.50
眼影	35	84.77	13.70
	70	108.25	4.18
	140	97.46	1.39



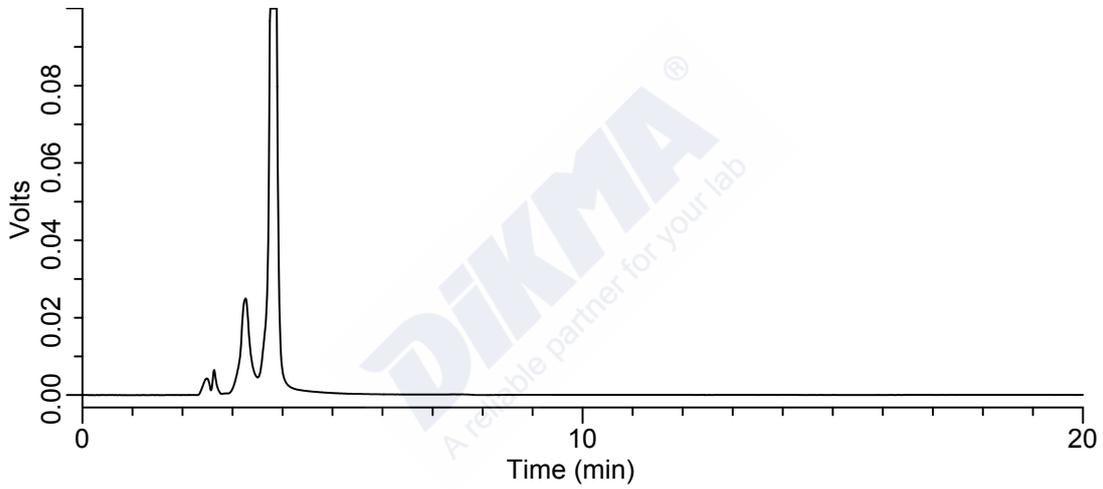
硫柳汞标准品(11.67 mg/L, 以汞计)液相色谱图



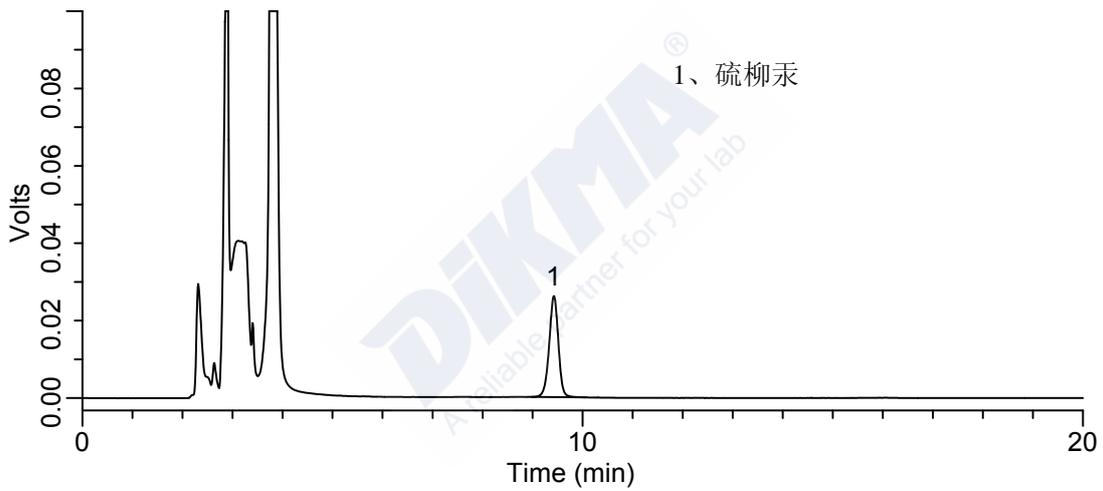
硫柳汞标准品(23.33 mg/L, 以汞计)液相色谱图



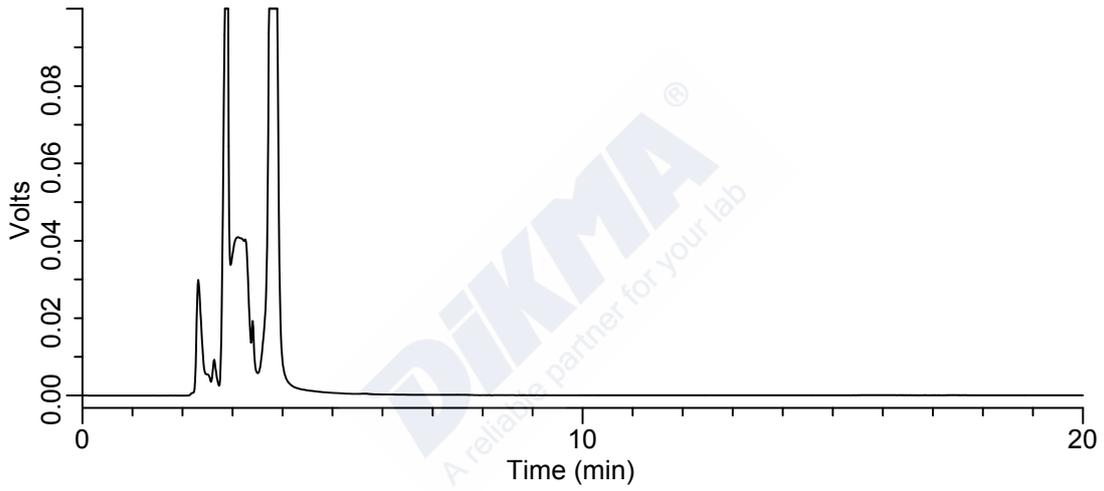
添加水平为 70 mg/kg 卸妆液中硫柳汞检测的液相色谱图



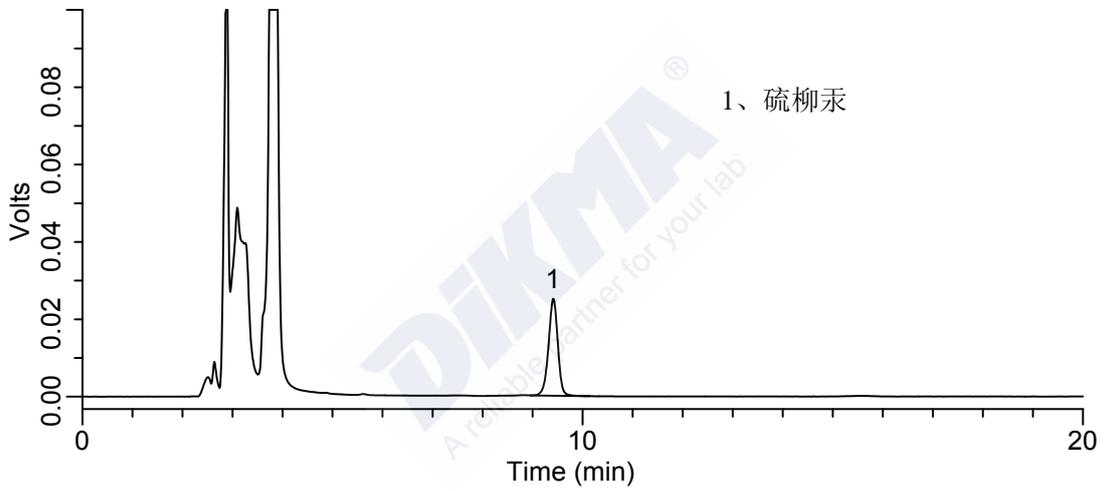
卸妆液中硫柳汞检测(空白样品)的液相色谱图



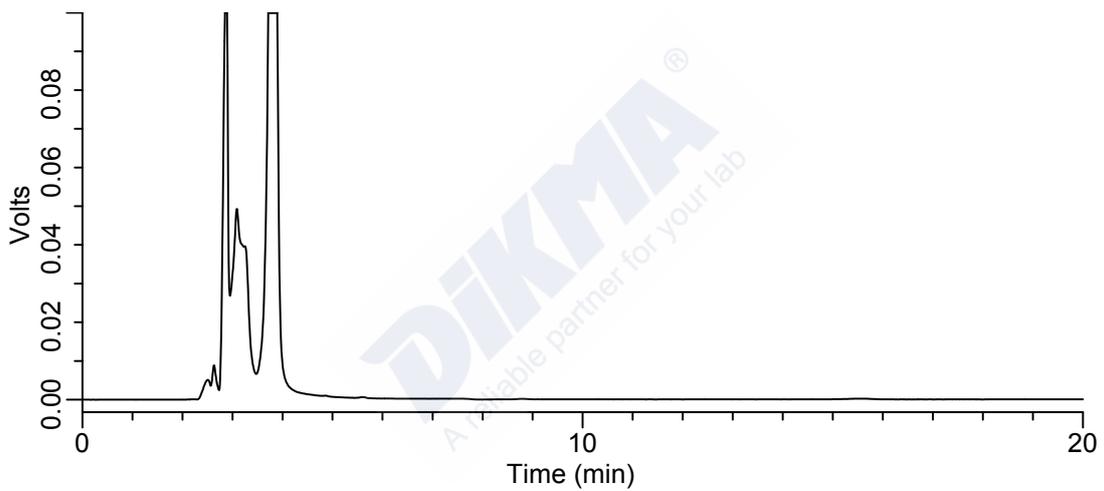
添加水平为 70 mg/kg 眼霜中硫柳汞检测的液相色谱图



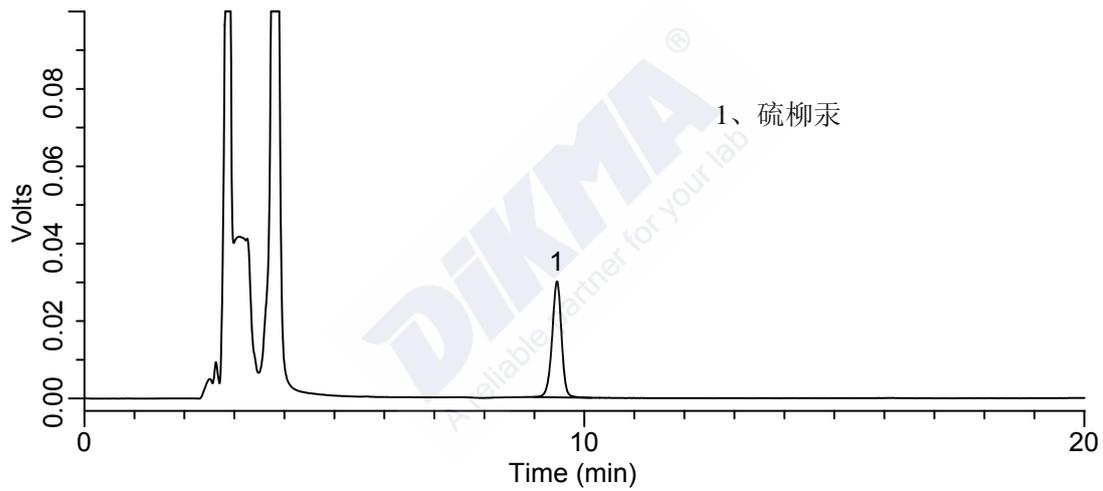
眼霜中硫柳汞检测(空白样品)的液相色谱图



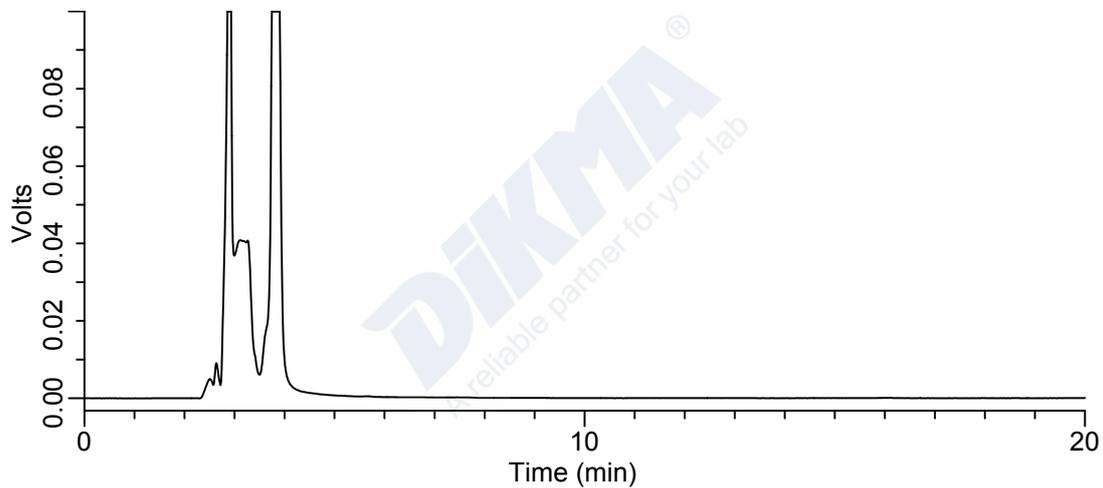
添加水平为 70 mg/kg 眼线液中硫柳汞检测的液相色谱图



眼线液中硫柳汞检测(空白样品)的液相色谱图



添加水平为 70 mg/kg 眼影中硫柳汞检测的液相色谱图



眼影中硫柳汞检测(空白样品)的液相色谱图

化妆品中硫柳汞的测定——HPLC 法相关产品信息:

货号	名称	规格
样品前处理		
65916	ProElut LLG	350 mg/6 mL 30/pk
63303	ProElut NH2	200 mg/3 mL 50/pk
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1,3,6mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pk
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
30039	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 μm 100/pk
30040	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 μm 100/pk

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657

标准品		
50D-273539-5G	硫柳汞[54-64-8]	5 g
色谱柱及保护柱		
82006	Spursil C18 极性改性反相色谱柱	250 x 4.6 mm, 5 μm
6803	Spursil C18 保护柱芯	5 μm, 10 x 4.0 mm 2/pk
6220	EasyGuard 保护柱柱套	1/pk
HPLC 溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50102	甲醇 HPLC级	4 L
50144	甲酸 HPLC级	50 mL
50138	乙酸铵 HPLC级	100 g
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色 (现货)	50 孔
52401A	瓶架/白色 (现货)	50 孔
1034	样品瓶 (棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
1035	样品瓶盖/含垫 (已经组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25 μL

红色产品货号#30039、#30040、#1034、#1035 火热促销中

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657