

LC-MS/MS快速检测化妆品中丙烯酰胺

Determination of Acrylamide in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

Keywords: SCIEX Triple Quad; Acrylamide; Cosmetics

丙烯酰胺 (acrylamide) 是一种重要的工业原料, 在工业生产中主要用于制造其水溶性聚合物聚丙烯酰胺, 而聚丙烯酰胺常作为成膜剂、粘合剂、润滑剂和发用定型剂等添加到化妆品中, 可有效改善化妆品质感。目前, 聚丙烯酰胺已列入《已使用化妆品原料目录 (2021年版)》, 属于2015版《化妆品安全技术规范》(下称规范) 中的限用物质。但作为其生产原料的丙烯酰胺, 由于其本身对人体的神经毒性, 遗传毒性及致癌性, 2015年版《化妆品安全技术规范》中明确将其列为化妆品禁用组分, 驻留型体用产品中丙烯酰胺单体最大残留量为0.1 mg/kg, 其他产品丙烯酰胺单体最大残留量为0.5 mg/kg。

基于此, 2023年8月, 国家药监局发布第41号公告, 明确规定了化妆品中丙烯酰胺的测定方法。根据最新发布的第41号公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了丙烯酰胺的检测方法, 方法具有良好灵敏度及重现性, 可用于化妆品中丙烯酰胺残留的检测。

该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 10分钟即可完成化妆品丙烯酰胺残留的检测。
2. 灵敏度高: 方法具有良好的检出下限及稳定性, 充分满足国家相关标准要求。
3. 拿来即用: 检测质谱条件遵循相关法规, 可快速帮助客户在SCIEX仪器上完成相关项目分析, 无需进行方法偏离等验证工作。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

样品处理参考国家药监局2023年第41号公告, 《化妆品中丙烯酰胺的检验方法》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 2.7 μm , 2.1 mm X 100 mm

流动相: A: 水 (含0.05%甲酸)

B: 甲醇

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.5000	10
5.00	0.5000	20
6.00	0.5000	95
8.00	0.5000	95
8.10	0.5000	10
10.00	0.5000	10

流速: 0.5 mL/min;

柱温: 40°C;

质谱方法:

扫描方式: 正模式 MRM

离子源: ESI

离子源参数:

IS电压: 5500 V

气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GAS1: 50 psi

辅助加热器 GAS2: 50 psi

源温度 TEM: 600°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对:

化合物	Q1	Q3	DP(V)	CE(V)
丙烯酸酰胺	72	55	50	17
		54		24
氘代丙烯酸酰胺	75	58	50	18
		44		27

实验结果

化合物提取离子流色谱图 (见图1)

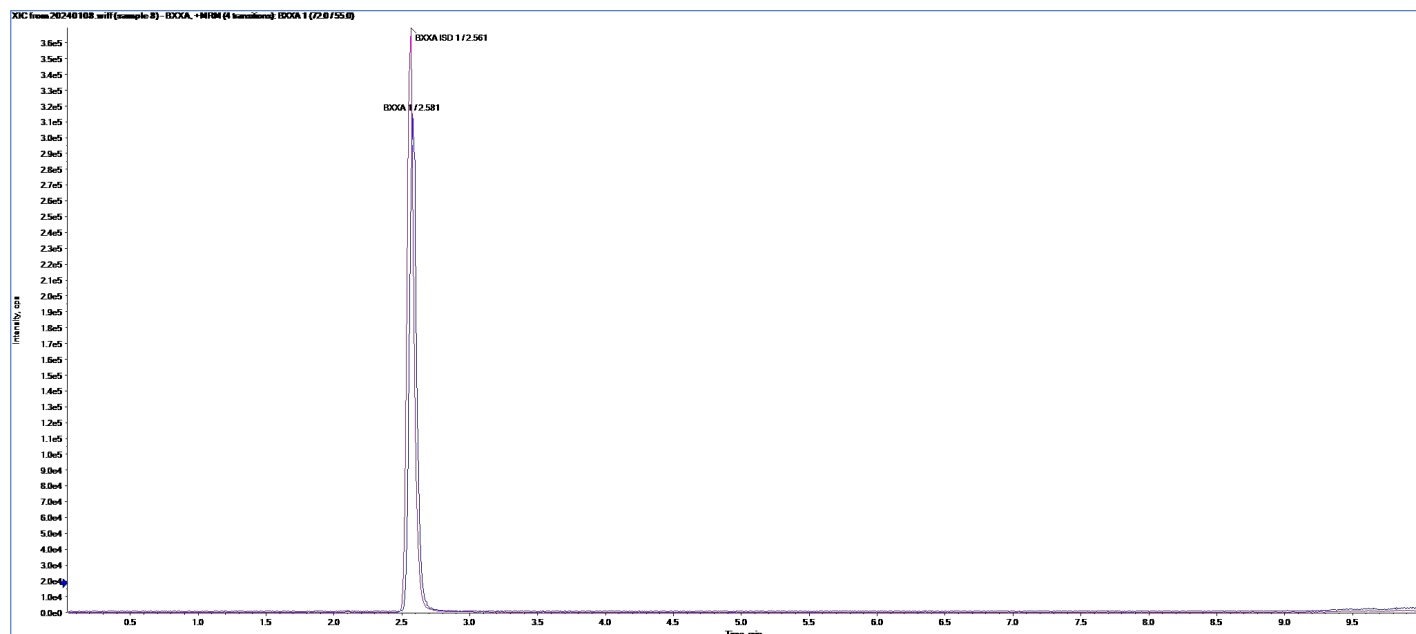


图1. 丙烯酸酰胺及其氘代内标的提取离子流色谱图

1. 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配置0.2~200 ng/mL标准测试液, 相关曲线见图2, 回归系数 $r > 0.998$, 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

2. 灵敏度考察

根据2015版《化妆品安全技术规范》, 驻留型体用产品中丙烯酸酰胺单体最大残留量为0.1 mg/kg, 其他产品丙烯酸酰胺单体最大残留量为0.5 mg/kg。使用化妆品空白基质考察本方法, 本方法灵敏度在0.0005 mg/kg下依然具有良好的灵敏度, 可充分满足国家药监局第41号公告《化妆品中丙烯酸酰胺的检验方法》的监测需求。

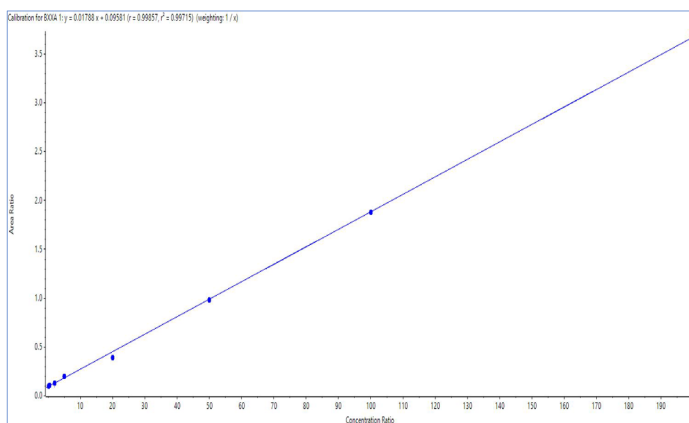


图2. 丙烯酸酰胺的校准曲线

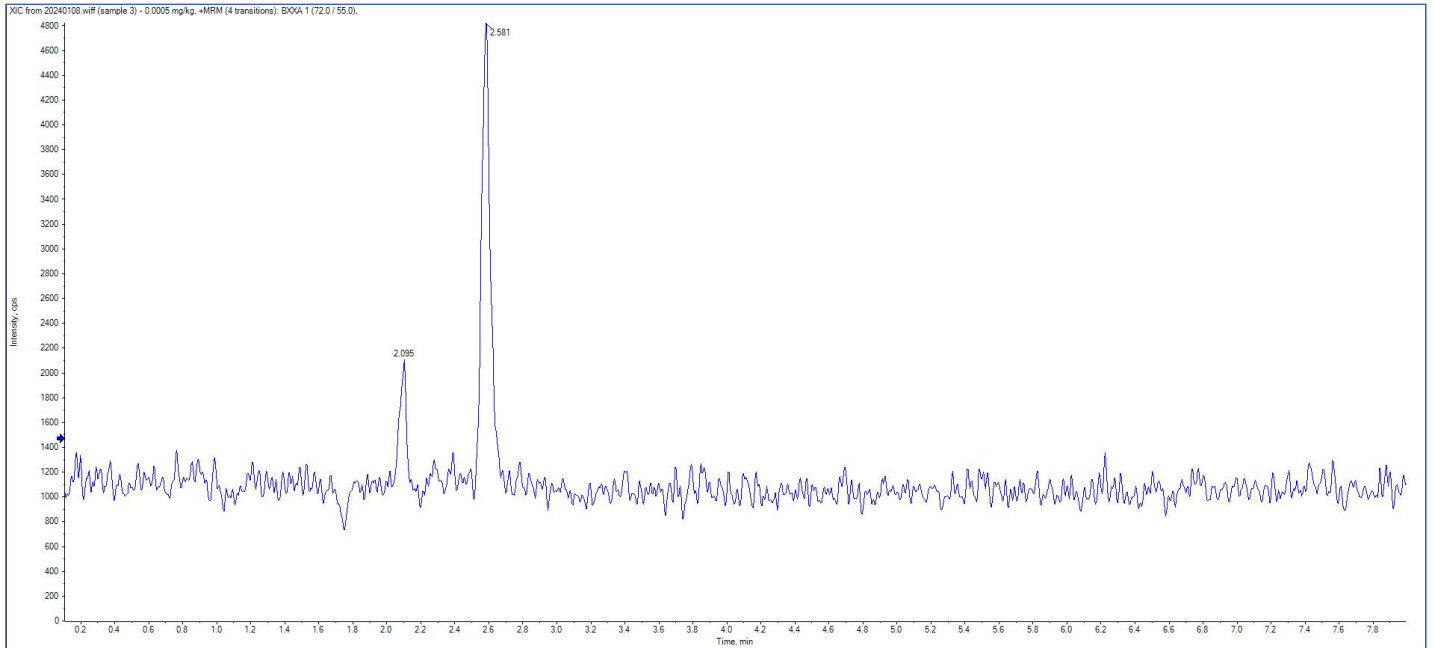


图3. 0.0005 mg/kg下丙烯酰胺的色谱图

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了化妆品中丙烯酰胺残留的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度结果显示其检出限值远低于相关标准规定，可满足化妆品中丙烯酰胺的检测需求。

参考文献

1. 国家药监局关于《化妆品中丙烯酰胺的检验方法》化妆品补充检验方法的公告

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15983-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)