

# 应用Triple Quad™ 3500快速分析化妆品中16种紫外防晒剂成分

## Simultaneous Determination of 16 Sunscreens in Sunblock Cosmetics by Triple Quad™ 3500

李广宁, 刘冰洁, 李立军, 郭立海  
Li Guangning, Liu Bingjie, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX China

**Key Words:** Triple Quad 3500; sunscreens; Sunblock Cosmetics

### 引言

防晒化妆品因具有保护人体免受紫外线辐射损伤的功能而广受消费者的青睐, 其中的有效成分为防晒剂。防晒剂按性质及化学结构的不同可分为化学防晒剂和天然防晒剂。化学防晒剂按机理不同又可分为有机紫外吸收剂和无机紫外屏蔽剂。与紫外屏蔽剂相比, 紫外吸收剂具有防晒效果好, 价格便宜等优点, 但是过量使用容易造成皮肤过敏。因此, 目前世界各国对防晒化妆品中紫外吸收剂的添加量做出了不同的限制, 我国2015版《化妆品安全技术规范》规定了防晒化妆品允许添加的27种准用防晒剂, 且明确了各类防晒剂的限值。

2015版《化妆品安全技术规范》中, 检测方法使用四氢呋喃作为流动相, 对色谱PEEK材料具有腐蚀性, 另外高氯酸水溶液也对色谱柱具有较大伤害。因此我们在液质系统上建立了16种常见防晒剂的检测方法。

1. 本方法覆盖《化妆品安全技术规范》(2015版)中苯基苯并咪唑磺酸等15种组分。
2. 使用常见的温和流动相, 对色谱系统友好无损伤。
3. 通量高, 采用正负模式同时采集, 12 min内完成16种防晒剂的检测, 快速方便。
4. 灵敏度高, 远低于《化妆品安全技术规范》中的限量要求。

### 仪器设备

SCIEX ExionLC™液相系统 + Triple Quad™ 3500质谱系统



### 样品处理:

称取0.1 g 样品至15 mL比色管中, 加入6 mL 四氢呋喃(含0.1% 氨水), 涡旋使之分散, 加入甲醇水(3:1)定容至10 mL, 离心10 min, 取上清, 经聚丙烯滤膜过滤, 待用。

### 色谱方法:

色谱柱: Kinetex C18, 2.1 × 50 mm, 3 μm;

流动相: A: 2 mmol甲酸铵水溶液, 含0.1% 甲酸

B: 20% 异丙醇甲醇溶液, 2 mmol 甲酸铵

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B.Conc [%]
0.50	0.4000	20
1.00	0.4000	60
3.00	0.4000	75
5.00	0.4000	85
6.00	0.4000	99
8.50	0.4000	99
8.60	0.4000	20
12.00	0.4000	20

流速: 0.5 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 2 μL

**质谱方法:**

扫描方式: MRM正负模式同时检测

离子源: ESI

**实验结果**

1. 16种防晒剂的提取离子流色谱图

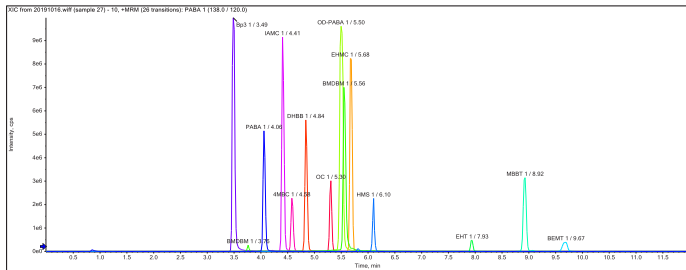


图1. 13种正模式采集防晒剂提取离子流图。

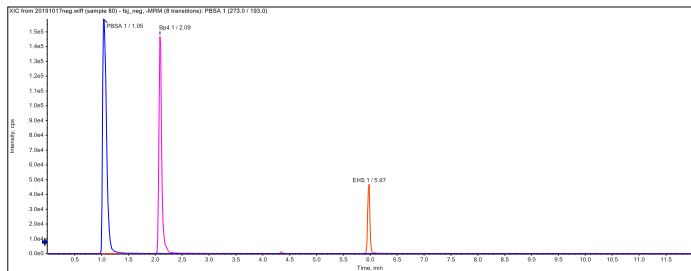


图2. 3种负模式防晒剂提取离子流图。

2. 线性范围, 回归方程及回归系数

16种防晒剂均为化学紫外防晒剂, 大部分化合物在0.001~10 μg/mL均具有良好的线性, 其回归系数r>0.995, 详见表2。

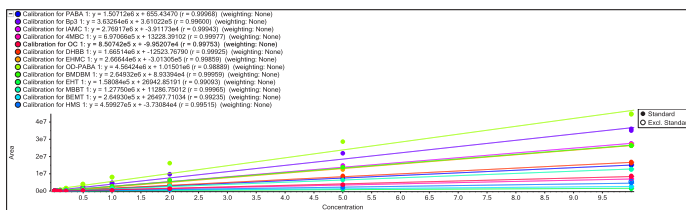


图3. 13种正模式防晒剂校准曲线。

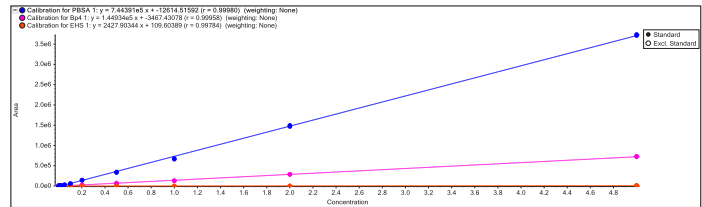


图4. 3种负模式防晒剂校准曲线。

表2. 16种防晒剂的线性范围, 回归曲线及回归系数。

化合物名称	线性范围 (ug/g)	回归方程	回归系数r
对氨基苯甲酸	0.001-10	y=1.50712e6X+655.43470	0.99968
二苯酮-3	0.001-10	y=3.63264e6X+3.61022e5	0.996
p-甲氧基肉桂酸异戊酯	0.002-10	y=2.76917e6X-3.91173e4	0.99943
4-甲基苄亚基樟脑	0.002-10	y=6.97066e5X+13228.39102	0.99977
奥克利林	0.001-10	y=8.50742e5X-9.95207e4	0.99753
二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯	0.001-10	y=1.66514e6X-12523.7679	0.99925
甲氧基肉桂酸乙基己酯	0.001-10	y=2.66644e6X-3.01305e5	0.99859
PABA乙基己酯	0.001-2	y=8.02066e6X+3.42792e4	0.99987
丁基甲氧基二苯酰甲烷	0.001-10	y=2.64695e6X+8.72740e4	0.99961
乙基己基三嗪酮	0.001-5	y=2.00430e5X+10157.00719	0.99732
亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚	0.002-10	y=1.27676e6X+11642.81223	0.99967
双-乙基己氧苯酚甲氧苯基三嗪	0.01-10	y=2.55859e5X+10802.83628	0.99802
胡莫柳酯	0.01-10	y=4.61774e5X-5.85426e4	0.995
苯基苯并咪唑磺酸	0.001-10	y=8.82832e5X+8.55992e4	0.99627
二苯酮-4/二苯酮-5	0.001-5	y=1.44934e5X-3467.43078	0.99958
水杨酸乙基己酯	0.2-20	y=3642.41902X-2080.00555	0.99656

3. 使用不同空白基质考察实验的重现性, 添加浓度0.5 μg/mL, 连续配置6份QC样本, 所有化合物RSD值均小于3.5%。

化合物名称	RSD% (n=6)	化合物名称	RSD% (n=6)
对氨基苯甲酸	2.11	丁基甲氧基二苯酰基甲烷	3.38
二苯酮-3	3.18	乙基己基三嗪酮	2.05
p-甲氧基肉桂酸异戊酯	1.47	亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚	2.99
4-甲基苄亚基樟脑	0.83	双-乙基己氧苯酚甲氧苯基三嗪	2.83
奥克利林	2.65	胡莫柳酯	3.32
二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯	2.10	苯基苯并咪唑磺酸	0.6
甲氧基肉桂酸乙基己酯	2.34	二苯酮-4/二苯酮-5	2.28
PABA乙基己酯	1.25	水杨酸乙基己酯	2.79

4. 按照采样0.1 g经预处理后计算检出浓度，本方法检出低限符合《化妆品安全技术规范》规定200-1000倍，可直接用于防晒剂样品的测量或复检。

## 总结

本实验在Triple Quad™ 3500平台上，建立了一套防晒剂的LC-MS/MS方法，该方法完全满足《化妆品安全技术规范》中关于苯基苯并咪唑磺酸等防晒剂的检测要求。方法使用液质常用的温和流动相，运行时间12 min，快速简便。检出灵敏度远高于现行法规的要求，6份基质加标进样重现性好，具有非常好的可靠性和适用性。

## 参考文献：

1. 化妆品安全技术规范，2015年版

化合物名称	化妆品规范测定低限 (ng)	本方法测定低限 (ng)
对氨基苯甲酸	2	0.002
二苯酮-3	3	0.002
p-甲氧基肉桂酸异戊酯	3	0.004
4-甲基苄亚基樟脑	2.5	0.004
奥克利林	5	0.002
二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯	-	0.002
甲氧基肉桂酸乙基己酯	3	0.002
PABA乙基己酯	3	0.002
丁基甲氧基二苯酰基甲烷	12	0.002
乙基己基三嗪酮	2	0.002
亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚	5	0.004
双-乙基己氧苯酚甲氧苯基三嗪	5	0.02
胡莫柳酯	20	0.02
苯基苯并咪唑磺酸	2	0.002
二苯酮-4/二苯酮-5	3	0.002
水杨酸乙基己酯	20	0.4

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。AB SCIEX™ 商标经许可可使用。

© 2019 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-10614-ZH-A



### SCIEX中国公司

北京分公司  
地址：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

上海公司及中国区应用支持中心  
地址：上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419 7200  
传真：021-2419 7333

广州分公司  
地址：广州市天河区珠江江西路15号  
珠江城1907室  
电话：020-8510 0200  
传真：020-3876 0835

全国免费垂询电话：800 820 3488, 400 821 3897 网址：sciex.com.cn 官方微信：ABSciex-China