

# GCMS 法测定化妆品中 4-氨基偶氮苯和联苯胺含量

## GCMS-322

**摘要:** 本文建立了化妆品中 4-氨基偶氮苯和联苯胺的分析方法, 分析结果表明: 在 0.1~5 mg/L 的浓度范围内, 两测定组分的校准曲线线性良好, 达到 0.999 以上, 0.5 mg/L 标准溶液重复进样 6 次, 相对标准偏差小于 5%, 重复性良好。对实际样品加标 2 mg/kg, 回收率在 90%~115% 之间, 两次实验相对偏差小于 10%。本方法参照《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 进行实验, 操作简单方便, 且实验结果满足上述规范要求。

**关键词:** GCMS 化妆品 4-氨基偶氮苯 联苯胺

随着生活水平的提高, 化妆品在上个世纪末得到了快速的发展。然而日化产品安全问题也日益凸显, 例如近年来出现的化妆品致癌、重金属污染等问题, 使得化妆品质量监督管理及化妆品检验收到了人们的关注和重视。

2015 年, 中国卫生部参照全球主要国家和地区相关法规标准的基础上, 编制了《化妆品安全技术规范》, 于 2016 年 12 月 1 日起施行。规范中要求检测的 4-

氨基偶氮苯和联苯胺是染料的中间体, 其中联苯胺被国际癌症研究组织确定为第一类已知致癌物, 4-氨基偶氮苯为有可能致癌物质, 所以很有必要对其建立一种有效的检测方法。

本方法参照《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 开展实验, 操作简单方便, 且实验结果满足上述规范要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱 - 质谱联用仪: GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色谱柱: InertCap 35, (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

柱温程序:

70°C (0.5min)\_30°C /min\_270°C (2 min)-25°C /min\_300°C (2 min)

载气控制方式: 恒线速度 (35.7 cm/sec)

进样方式: 分流进样 (分流比为 10:1)

进样量: 1 μL

离子源温度: 230°C

接口温度: 300°C

检测器电压: 调谐电压 +0.2kV

采集方式: FASST

### 1.3 样品前处理

称取 0.5 mg 液态水基样品至 50 mL 离心管中, 加入 1.0 mL 氨水 - 氯化铵缓冲溶液, 震荡混匀, 加入 10 mL 叔丁基甲醚, 45°C 下超声 15 min。离心 5 min 后, 吸取 5 mL 上层溶液至 15 mL 离心管, 氮吹至近干, 用叔丁基甲醚定容至 1 mL。

## 结果讨论

### 2.1 标准品图谱

取 25 mg/L 标准溶液，采用 GCMS 分析，4-氨基偶氮苯和联苯胺总离子流图见图 1，相关化合物信息见表 1，质量色谱图如图 2 所示。

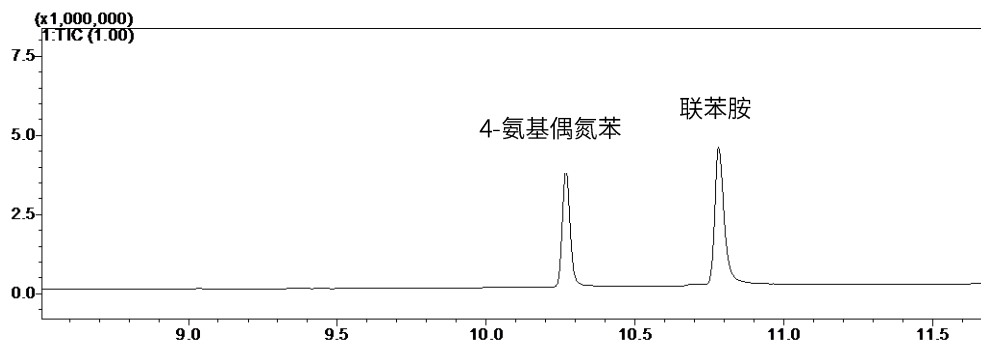


图 1 4-氨基偶氮苯和联苯胺总离子流图 (25 mg/L)

表 1 4-氨基偶氮苯和联苯胺化合物信息

No.	名称	保留时间 (min)	CAS 号	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	4-氨基偶氮苯	10.185	60-09-3	92	197,120
2	联苯胺	10.690	92-87-5	184	185,183

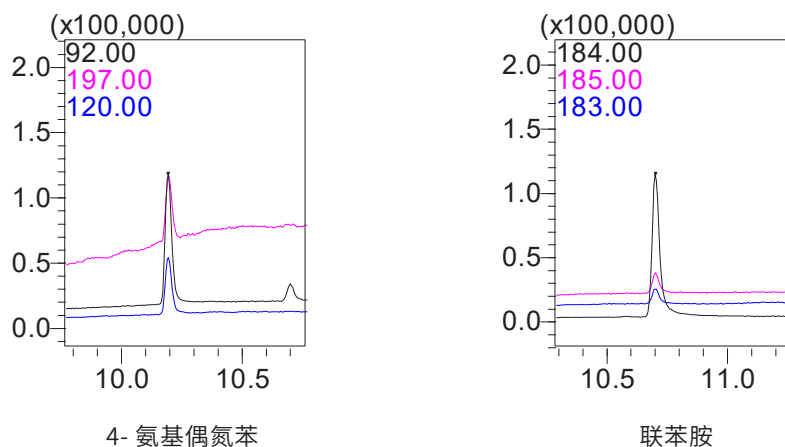


图 2 4-氨基偶氮苯和联苯胺标准品 (1 mg/L) 质量色谱图

### 2.2 标准曲线与检出限

配制 5 个不同浓度的标准品溶液，制作校准曲线，含量分别为 0.1、0.5、1、2、5 mg/L。以目标组分浓度为横坐标，目标组分峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，见图 3。线性相关系数和检出限见表 2，检出限根据最低点 0.1 mg/L 的 3 倍信噪比进行计算。

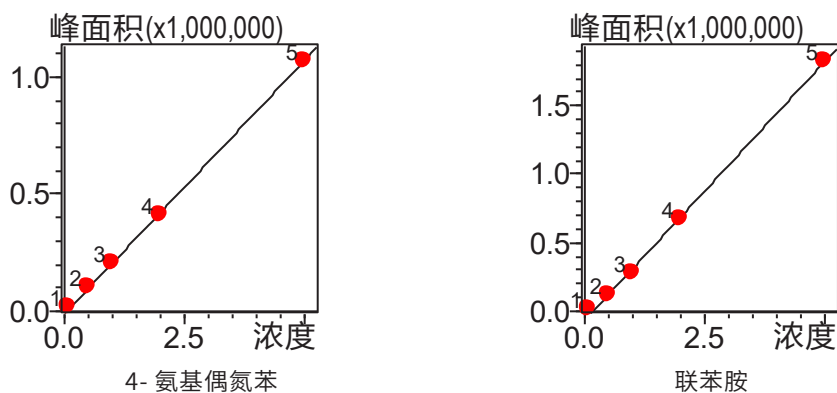


图 3 4-氨基偶氮苯和联苯胺校准曲线

表 2 4-氨基偶氮苯和联苯胺线性相关系数和检出限

No.	化合物名称	相关系数 r	检出限 (mg/L)
1	4-氨基偶氮苯	0.9999	0.0157
2	联苯胺	0.9990	0.0085

### 2.3 重复性结果

取 0.5 mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，具体结果见表 3。

表 3 4-氨基偶氮苯和联苯胺标准溶液重复性实验 (0.5mg/L)

No.	化合物名称	峰面积						RSD%
		1	2	3	4	5	6	
1	4-氨基偶氮苯	98,831	96,605	97,344	90,991	92,432	93,112	3.29
2	联苯胺	113,725	103,375	109,742	113,096	105,689	113,565	4.01

### 2.4 回收率结果

对实际液态水基类化妆品样品进行加标实验，加标量为 2 mg/kg，重复实验两次，考察回收率及重复性，实际样品 TIC 图见图 4，样品测试结果及加标回收率具体结果见表 4。

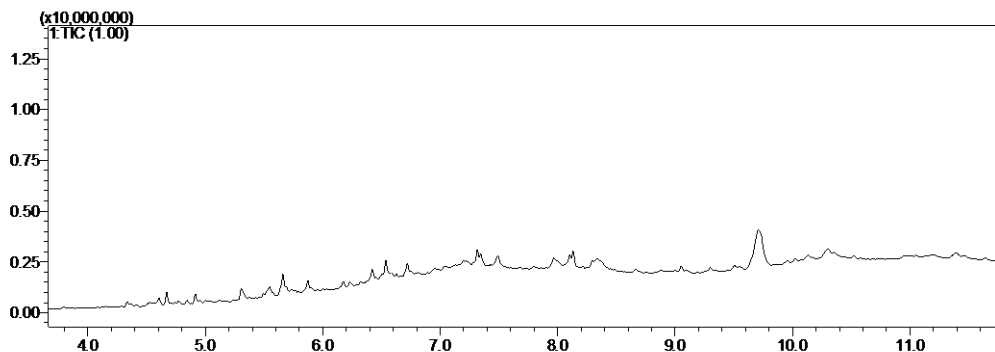


图 4 实际样品 TIC 图

表 4 加标回收率及重复性实验结果 (加标量 2 mg/kg)

No.	化合物名称	样品浓度	加标后浓度 (mg/kg)		回收率 (%)		相对偏差 (%)
			1	2	1	2	
1	4-氨基偶氮苯	N.D	2.17	2.24	108.6	112.2	3.6
2	联苯胺	N.D	1.99	1.84	99.4	92.2	7.2

注: N.D 为未检出

## ■ 结论

本文建立了化妆品中 4-氨基偶氮苯和联苯胺的分析方法, 分析结果表明: 在 0.1~5 mg/L 的线性范围内校准曲线线性良好, 达到 0.999 以上, 0.5 mg/L 标准溶液重复进样 6 次, 相对标准偏差小于 5%, 重复性良好。对实际样品加标 2 mg/kg, 回收率在 90%-115% 之间, 两次实验相对偏差小于 10%。本方法参照《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 进行实验, 操作简单方便, 且实验结果满足上述规范要求。