

GCMS 法测定化妆品中 9 种防晒剂含量

GCMS-445

摘要： 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了化妆品中 9 种防晒剂的检测方法。结果表明，9 种防晒剂在 2.0~100 mg/L 的浓度范围内，各组标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.997 以上，方法回收率在 69.5 ~ 119.9% 之间，对浓度为 2.0 mg/L 的标准样品连续进样 5 次，相对标准偏差均小于 5.0%，重复性良好。本方法样品经过简单的提取即可上样分析，能够准确的测定化妆品中 9 种防晒剂的含量。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 化妆品 防晒剂

防晒剂是指利用光的吸收、反射或散射作用，以保护皮肤免受特定紫外线所带来的伤害或保护产品本身而在化妆品中加入的物质。防晒剂自身对中波紫外线区、长波紫外线区的紫外线有较强的吸收性能，能够吸收大部分紫外线，起到保护皮肤的作用。但是防晒剂本身对人体有副作用。化妆品中防晒剂添加过量会对人体产生一定的危害，如易对皮肤产生刺激，使皮肤过敏，引起红疹、皮肤发炎、变黑等；易使肌肤粗糙，引起光敏性反应等。

为了加强化妆品中防晒剂的管理，我国对化妆品用防晒剂实行清单管理。《化妆品安全技术规范》（2015 版）化妆品准用防晒剂（表 5）中列明了 27 种化妆品

准用的防晒剂。这些防晒剂可在本规范规定的限量和使用条件下加入到其他化妆品产品中。因此，增加防晒剂的检测对化妆品进出口贸易的发展、提升化妆品安全监管力度、保障人们的身体健康很有必要。

本文参照 SN/T 4578-2016 《进出口化妆品中 9 种防晒剂的测定气相色谱 - 质谱法》标准，采用 GCMS-QP2020 NX 建立了化妆品中 3- 亚苄基樟脑等 9 种防晒剂的检测，样品经甲醇超声提取、有机滤膜过滤后直接进行分析，方法非常简单方便，可以准确的测定化妆品中 3- 亚苄基樟脑等 9 种防晒剂的含量，为化妆品中防晒剂的监控提供有力的检测手段。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-35Sil MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：120°C (2 min)_30°C /min_190°C (2 min)_4°C /min_280°C (4 min)_30°C /min_300°C (2 min)

进样口温度：250°C

离子源温度：230°C

进样方式：不分流进样

接口温度：280°C

进样量：1 μL

检测器电压：调谐电压

载气控制方式：线速度，37.5 cm/sec

采集模式：SIM，参数见表 1

■ 样品前处理

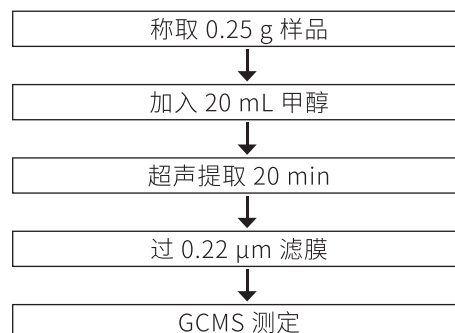


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

9 种防晒剂色谱图如图 2 所示。

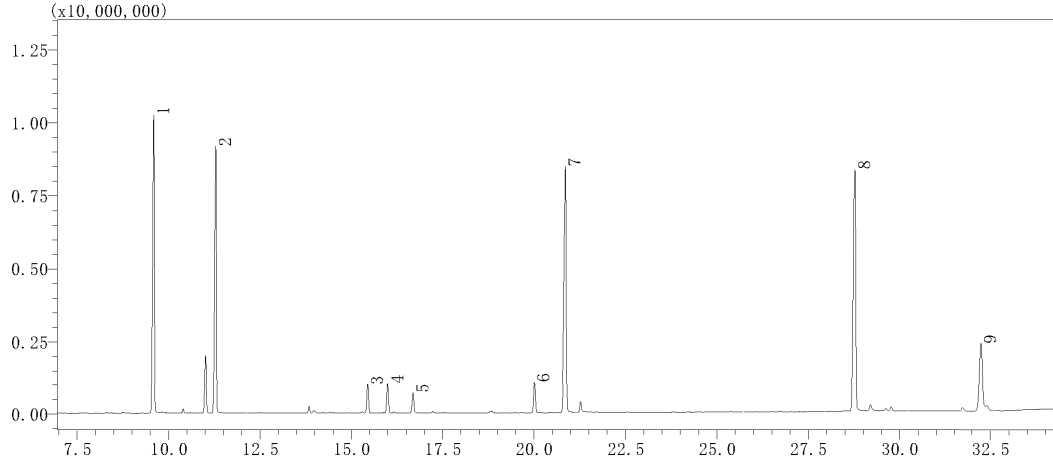


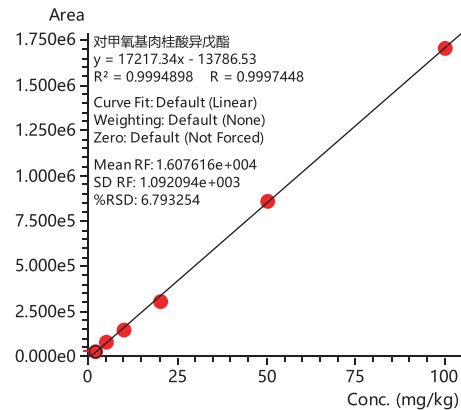
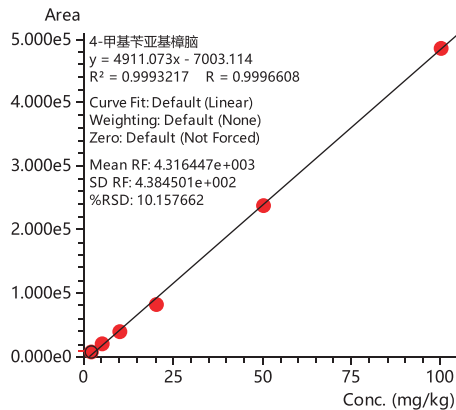
图 2 9 种防晒剂 TIC 谱图

表 1 9 种防晒剂保留时间及选择离子信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	水杨酸乙基己酯	Ethylhexyl salicylate	118-60-5	9.630	250	138、120
2	胡莫柳酯	Homosalate	118-56-9	11.330	262	138、120
3	对甲氧基肉桂酸异戊酯	Isopentyl-4-methoxycinnamate	716110-2	15.450	178	161、248
4	4-甲基苄亚基樟脑	3-(4'-Methylbenzylidene)-dl-camphor	36861-47-9	16.000	211	254、239
5	二苯酮-3	Benzophenone-3	131-57-7	16.700	105	227、151
6	PABA 乙基己酯	Padimate	21245-02-3	20.010	277	165、148
7	甲氧基肉桂酸乙基己酯	Octinoxate	5466-77-3	20.900	178	290、161
8	奥克利林	Octocrylene	6197-30-4	28.800	360	249、232
9	丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷	Avobenzone	70356-09-1	32.141	135	310、295、161

3.2 标准曲线

配制浓度分别为 2.0、5.0、10、20、50、100 mg/L 的 9 种防晒剂混合标准溶液，取 1 μ L 进样。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线。部分组分标准曲线如图 3 所示，各组分标准曲线线性相关系数见表 2。



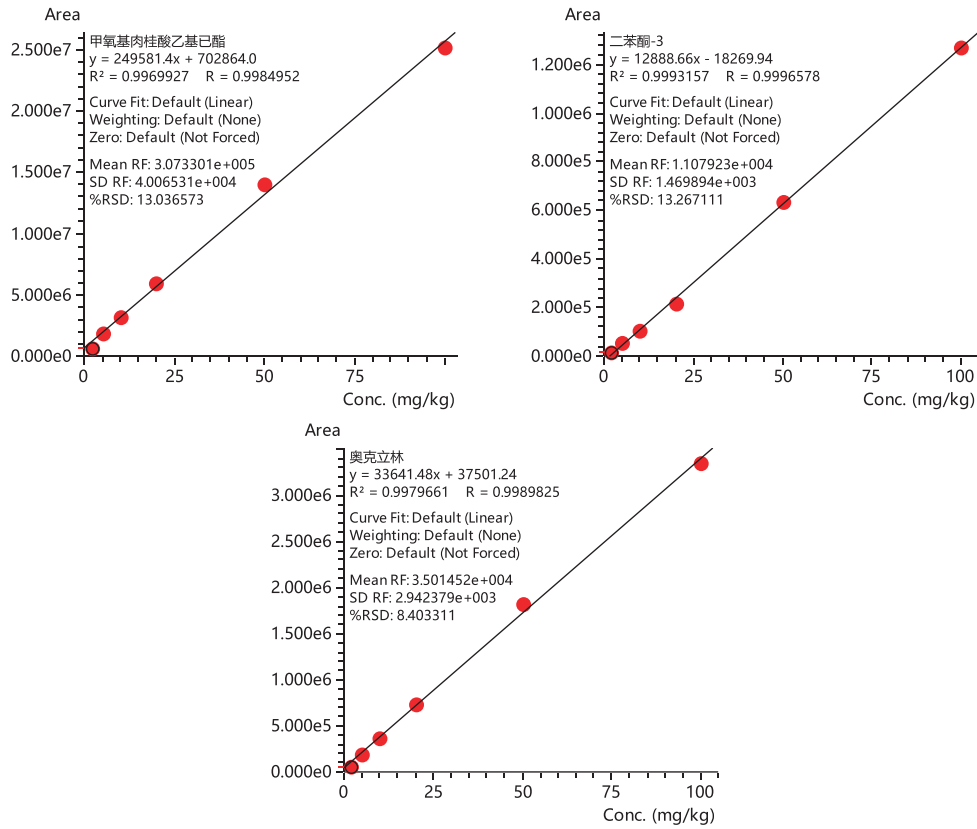


图3 防晒剂标准曲线 (部分组分)

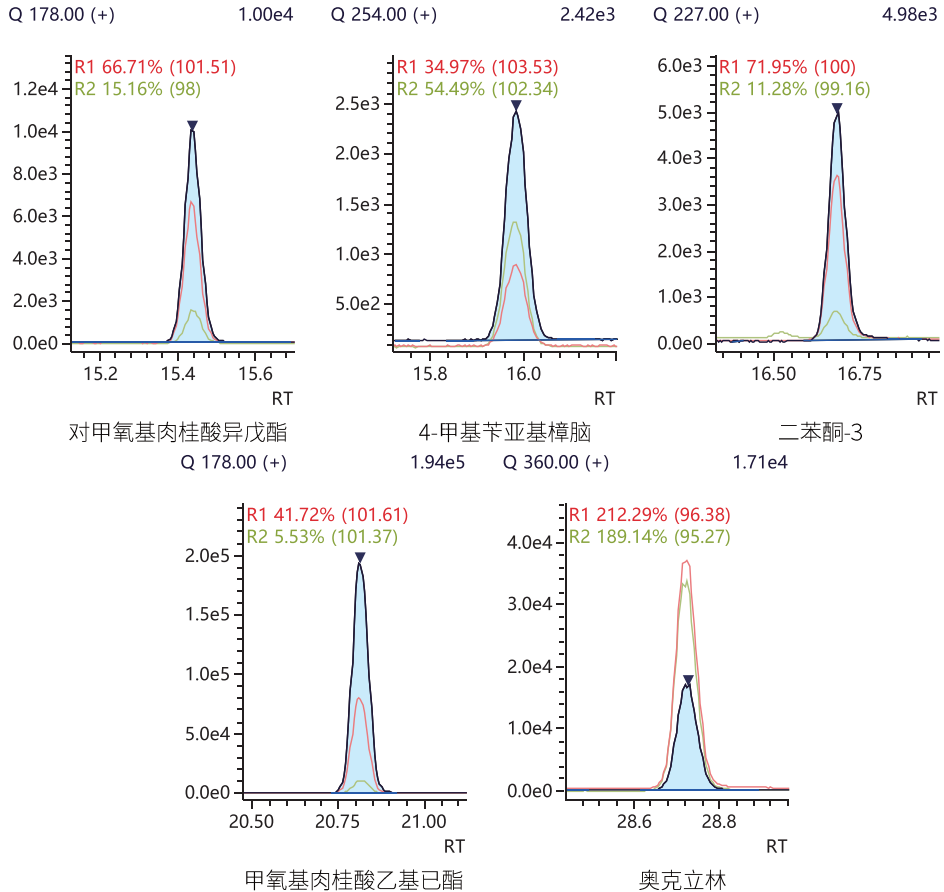


图4 部分防晒剂质量色谱图 (浓度 2.0 mg/L)

表 2 9 种防晒剂标准曲线信息、仪器检出限和重复性结果

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)	峰面积 RSD% (n=5)
1	水杨酸乙基己酯	0.9996	0.008	2.8
2	胡莫柳酯	0.9990	0.010	3.0
3	对甲氧基肉桂酸异戊酯	0.9997	0.004	2.2
4	4- 甲基苄亚基樟脑	0.9997	0.033	2.5
5	二苯酮 -3	0.9997	0.011	1.7
6	PABA 乙基己酯	0.9996	0.048	4.4
7	甲氧基肉桂酸乙基己酯	0.9985	0.007	1.7
8	奥克立林	0.9990	0.004	4.3
9	丁基甲氧基二苯甲酰胺基甲烷	0.9978	0.025	4.9

3.3 检出限及重复性

根据基质加标 2.0 mg/L 混合标准溶液的数据，计算各组分的仪器检出限（3 倍噪声计算），取 2.0 mg/L 混合标准溶液连续 5 次进样，考察仪器重复性，各组分检出限及重复性结果见表 2。

3.4 样品测试

分别取市售某品牌化妆水、面霜、爽身粉及口红样品进行测定，爽身粉和口红 2 个样品均未检测出上述 9 种防晒剂，化妆水和面霜都有检出二苯酮 -3 和丁基甲氧基二苯甲酰胺基甲烷两种防晒剂，检测结果如表 3 所示，其中面霜样品色谱图见图 5。

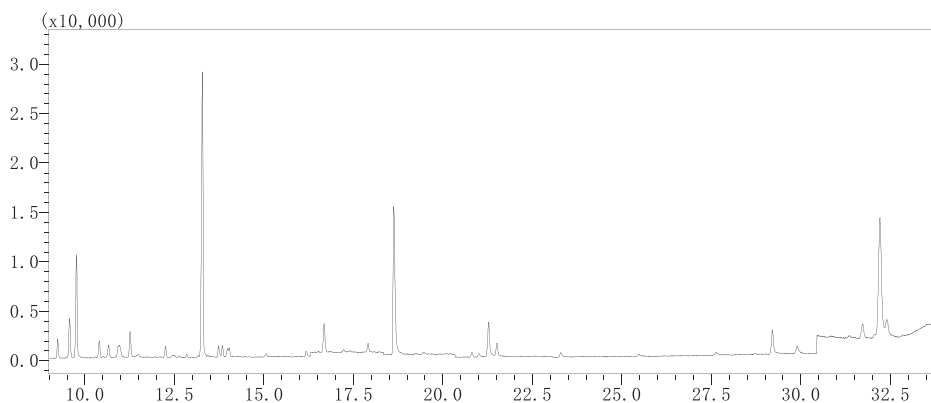


图 5 面霜样品色谱图

3.5 回收率测试

以上述的化妆水、面霜、爽身粉及口红 4 个样品为空白，添加适量的防晒剂混合标准溶液，添加浓度分别为 0.5 g/kg，按前述的前处理步骤进行处理，取 1 μ L 进样，考察方法回收率，添加回收结果如表 3、表 4 所示。

表 3 化妆水、面霜样品加标回收结果

No.	化合物名称	化妆水			面霜		
		空白值 (g/kg)	实测值 (g/kg)	回收率 (%)	空白值 (g/kg)	实测值 (g/kg)	回收率 (%)
1	水杨酸乙基己酯	N.D	0.5715	114.3	N.D	0.5895	117.9
2	胡莫柳酯	N.D	0.5450	109.0	N.D	0.5552	111.0
3	对甲氧基肉桂酸异戊酯	N.D	0.4571	91.4	N.D	0.5112	102.2
4	4- 甲基苄亚基樟脑	N.D	0.4518	90.4	N.D	0.5136	102.7
5	二苯酮 -3	0.0468	0.4822	87.1	0.0334	0.5517	103.7

No.	化合物名称	化妆水			面霜		
		空白值 (g/kg)	实测值 (g/kg)	回收率 (%)	空白值 (g/kg)	实测值 (g/kg)	回收率 (%)
6	PABA 乙基己酯	N.D	0.4722	94.4	N.D	0.5537	110.7
7	甲氧基肉桂酸乙基己酯	N.D	0.3965	79.3	N.D	0.4316	86.3
8	奥克立林	N.D	0.5126	102.5	N.D	0.5686	113.7
9	丁基甲氧基二苯甲酰胺甲烷	0.5143	0.8617	69.5	0.0587	0.5190	92.1

表 4 爽身粉、口红样品加标回收结果

No.	化合物名称	爽身粉			口红		
		空白值 (g/kg)	实测值 (g/kg)	回收率 (%)	空白值 (g/kg)	实测值 (g/kg)	回收率 (%)
1	水杨酸乙基己酯	N.D	0.5779	115.6	N.D	0.5890	117.8
2	胡莫柳酯	N.D	0.5569	111.4	N.D	0.5535	110.7
3	对甲氧基肉桂酸异戊酯	N.D	0.4653	93.1	N.D	0.5359	107.2
4	4- 甲基苄亚基樟脑	N.D	0.4674	93.5	N.D	0.5444	108.9
5	二苯酮-3	N.D	0.3957	79.1	N.D	0.4825	96.5
6	PABA 乙基己酯	N.D	0.4921	98.4	N.D	0.5862	117.2
7	甲氧基肉桂酸乙基己酯	N.D	0.4032	80.6	N.D	0.4357	87.1
8	奥克立林	N.D	0.5296	105.9	N.D	0.5270	105.4
9	丁基甲氧基二苯甲酰胺甲烷	N.D	0.5995	119.9	N.D	0.4571	91.4

■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了化妆品中 9 种防晒剂的测定方法。9 种防晒剂浓度在 2.0~100 mg/L 范围内，各组分校准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.997 以上，方法回收率在 69.5 ~ 119.9% 之间，浓度为 2.0 mg/L 的标准样品连续 5 次进样，相对标准偏差均小于 5.0%，精密度良好。本方法能够准确的测定化妆品中 9 种防晒剂的含量。

岛津应用云

