

# GCMS 法测定化妆品中甲基丁香酚的含量

## GCMS-556

**摘要：** 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了化妆品中甲基丁香酚的检测方法。在 0.01~2.0 µg/mL 的浓度范围内，甲基丁香酚标准曲线线性良好，线性相关系数 R 为 0.9997，方法回收率在 104 ~ 120% 之间。取浓度为 0.01 µg/mL 的标准样品连续进样 5 次，甲基丁香酚峰面积相对标准偏差为 1.25%，重复性良好。本方法前处理简单，适用于化妆品中甲基丁香酚的检测。

**关键词：** 气质联用仪 化妆品 甲基丁香酚

### 技术特点：

- ❖ 使用无水乙醇有效提取化妆品中目标成分，减少基质干扰；
- ❖ 采用 SIM 方式，减少了干扰，提高了检测灵敏度。

甲基丁香酚是一种存在于植物叶子、果实、茎或根中的苯丙类天然化合物，有较弱而持久的丁香和康乃馨的味道，存在于多种植物中，尤其香料和药用植物如细辛、肉豆蔻、丁香、肉桂、茴香等。甲基丁香酚具有亲脂性，胃肠道吸收快，被用于果冻、软饮料、糖果、口香糖、冰淇淋等食物中的芳香剂或调味剂，在一些香水和化妆品中也含有甲基丁香酚。

研究发现，甲基丁香酚具有镇痛、麻醉、抗过敏、抗炎、抗氧化和抗肿瘤等多种药理作用，在脑缺血、肠缺血再灌注损伤、肠道黏膜损伤模型中发挥保护效应，但是吞食有害，能刺激眼睛、呼吸系统和皮肤，有明显的中枢抑制作用，对多种动物均能产生麻醉作

用，少数报道有致癌后果。2017 年 10 月 27 日，世界卫生组织国际癌症研究机构公布的致癌物清单初步整理参考，甲基丁香酚在 2B 类致癌物清单中；我国的《化妆品卫生规范》也将其列入禁用物质名单中。为了保证化妆品使用的安全，建立一种有效的检测甲基丁香酚的方法具有重要意义。

本文参照 GB/T30088-2013《化妆品中甲基丁香酚的测定 气相色谱 / 质谱法》，采用气相色谱质谱法测定化妆品中甲基丁香酚，该方法样品经溶剂提取除水过滤后，用 GCMS 进行分析，可有效的去除杂质的干扰，提高检测的灵敏度，满足化妆品日常分析的要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

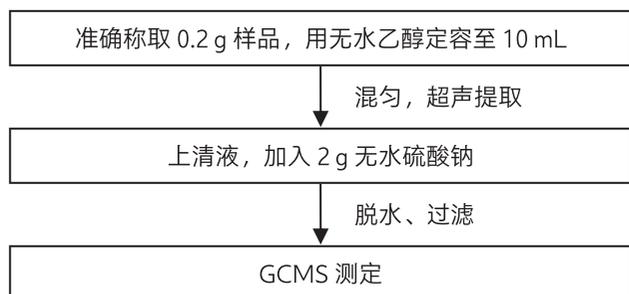
GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 分析条件

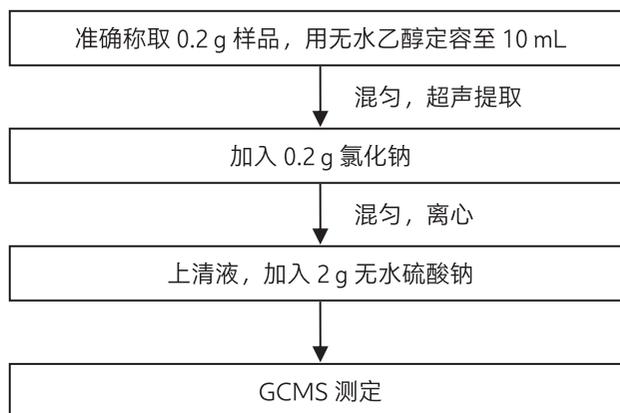
色 谱 柱：	SH-Rtx-WAX, 30 m×0.25 mm×1.0 µm		
柱 温 程 序：	60°C (1 min)_20°C /min_160°C (5 min)_40°C /min_220°C (13 min)		
进 样 口 温 度：	220°C	离 子 化 方 式：	EI
载 气 控 制 方 式：	线速度	离 子 源 温 度：	230°C
线 速 度：	36.5 cm/sec	色 谱 质 谱 接 口 温 度：	250°C
进 样 方 式：	不分流进样	检 测 器 电 压：	调谐电压 +0.2 kV
进 样 量：	1 µL	采 集 模 式：	SIM 方式，离子信息见表 1

## ■ 样品前处理

水剂类



膏霜乳类



唇膏类

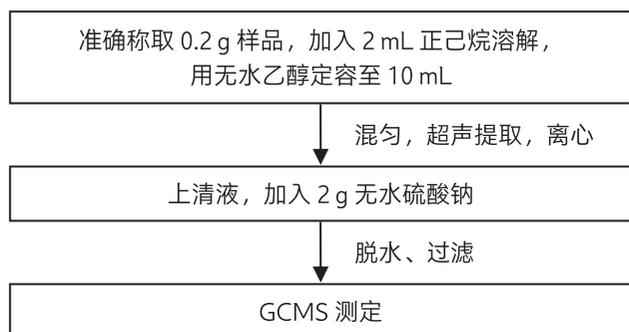


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

甲基丁香酚标准溶液色谱图如图 2 所示。

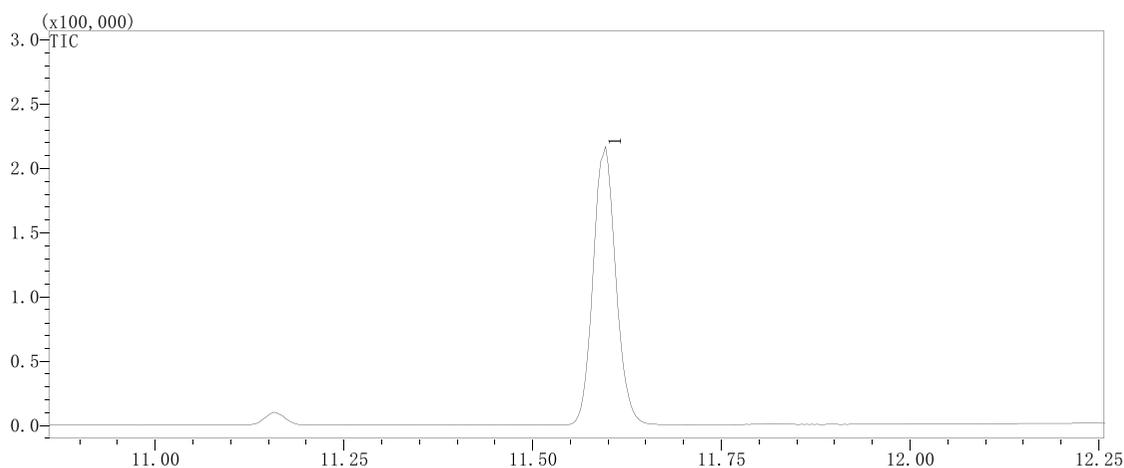


图 2 甲基丁香酚标准溶液色谱图

表 1 化合物信息

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	甲基丁香酚	methyl eugenol	93-15-2	11.606	178	147、163、103

### 3.2 标准曲线

配制浓度分别为 0.01、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  系列的标准溶液, 取 1  $\mu\text{L}$  进样。以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 制作标准曲线。甲基丁香酚的标准曲线及质量色谱图如下所示。标准曲线线性相关系数见表 2。

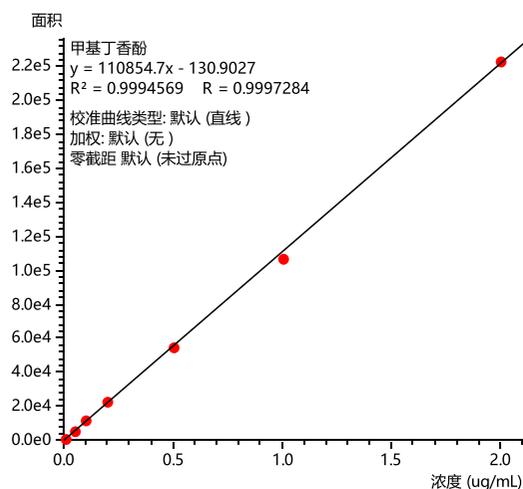


图 3 甲基丁香酚标准曲线

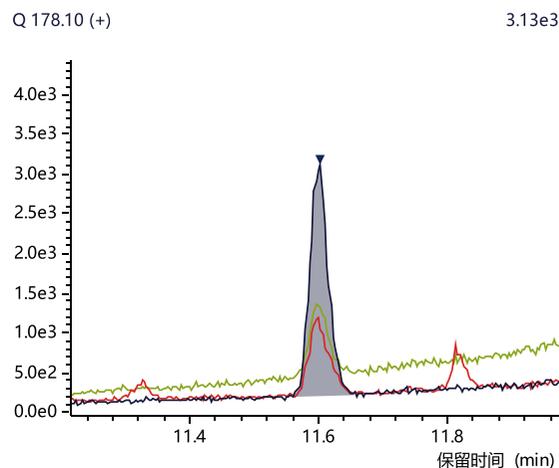


图 4 甲基丁香酚质量色谱图 (浓度 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

表 2 甲基丁香酚标准曲线相关系数、仪器检出限及重复性结果

No.	化合物名称	相关系数 (R)	峰面积 RSD (%) (n=5)	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	添加回收结果 (%)			
					化妆水	乳液	护手霜	唇膏
1	甲基丁香酚	0.9997	1.25	0.003	112.2	104.7	118.3	117.6

### 3.3 重复性及检出限测试

取 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液连续 5 次进样, 考察仪器重复性, 并以 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液的数据, 计算甲基丁香酚的仪器检出限 (3 倍噪声计算), 结果见表 2。

### 3.4 样品及加标回收实验

分别称取 0.2 g 化妆水、乳液、护手霜、唇膏样品, 经测试, 以上样品均未检测出甲基丁香酚。取以上样品, 添加适量的甲基丁香酚标准溶液, 添加浓度为 0.5  $\text{mg}/\text{kg}$ , 按上述前处理步骤进行处理, 取 1  $\mu\text{L}$  进样, 考察方法的回收率, 添加回收结果如表 2 所示。

## 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪, 建立了化妆品中甲基丁香酚的检测方法。在 0.01~2  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内, 甲基丁香酚标准曲线线性良好, 线性相关系数 0.9997, 方法回收率在 104 ~ 120% 之间, 取浓度为 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液连续 5 次进样, 峰面积相对标准偏差为 1.25%, 精密度良好。本方法采用溶剂直接提取的方法, 方法简单方便, 能够有效的测定化妆品中甲基丁香酚的含量。

岛津应用云

