

# GCMS 法测定化妆品中 6 种硝基苯类化合物

## GCMS-303

**摘要:** 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪建立了化妆品中 6 种硝基苯类化合物的测定方法。在 0.05~5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内 6 种硝基苯类化合物线性关系良好, 相关系数均达到 0.9993 以上。0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准品溶液连续进样 6 针, 峰面积 RSD% 小于 5.27%。实际样品加标回收率为 83.3%~110.7%。该方法简单、方便, 灵敏度高, 可以有效监测化妆品中的硝基苯类化合物的含量。

**关键词:** 气相色谱质谱联用仪 化妆品 硝基苯类化合物

硝基苯类化合物是染料、医药及农药等化工生产中的重要原料或中间体, 属于高毒有机污染物, 能够作用于人体的血液、肝脏以及中枢神经系统, 有的甚至具有致癌性。该类化合物性质稳定, 不易降解, 随着工业上的大量使用而在自然界中广泛存在。化妆品作为日常用品, 会长时间驻留在皮肤、毛发、指甲、口唇等部位, 其安全性备受关注。我国卫生部《化妆品安全技术规范》(2015 版) 明确规定化妆品中禁用

硝基苯、2-硝基甲苯、2,6-二硝基甲苯、2,4-二硝基甲苯等几种硝基苯类化合物。因此, 研究建立化妆品中硝基苯类化合物的检测方法具有重要意义。

本文参照 SN/T 4442-2016《进出口化妆品中硝基苯、硝基甲苯、二硝基甲苯的检测方法》的前处理方法, 采用气相色谱质谱法 (GCMS) 分析化妆品中 6 种硝基苯类化合物, 该方法简单、方便, 灵敏度高, 可以有效检测化妆品中的硝基苯类化合物的含量。

## ■ 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 1: VF-1701 MS (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ )

柱温程序: 80 $^{\circ}\text{C}$  \_5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  \_200 $^{\circ}\text{C}$  \_30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  \_250 $^{\circ}\text{C}$  (2 min)

进样口温度: 250  $^{\circ}\text{C}$

流速控制方式: 恒线速度方式

线速度: 36.8 cm/sec

进样方式: 分流进样

分流比: 5:1

离子化方式: EI

离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度: 280  $^{\circ}\text{C}$

检测器电压: 调谐电压 +0.3 kV

采集模式: SIM, 离子信息见表 1

## ■ 样品前处理

固体、膏状化妆品: 准确称取样品 0.5 g, 置 50 mL 离心管中, 加适量甲醇, 于超声波清洗仪上超声 15 min, 用甲醇定容至 25 mL, 以 12000 r/min 高速离心 15 min, 上清液经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤, GCMS 测定。

液体化妆品 (水状): 准确称取样品 0.1 g, 置于 15 mL 离心管中, 加甲醇 10 mL 充分摇匀, 经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤, GCMS 测定。

## 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

标准溶液色谱图见图 1，各组分出峰时间详见表 1。

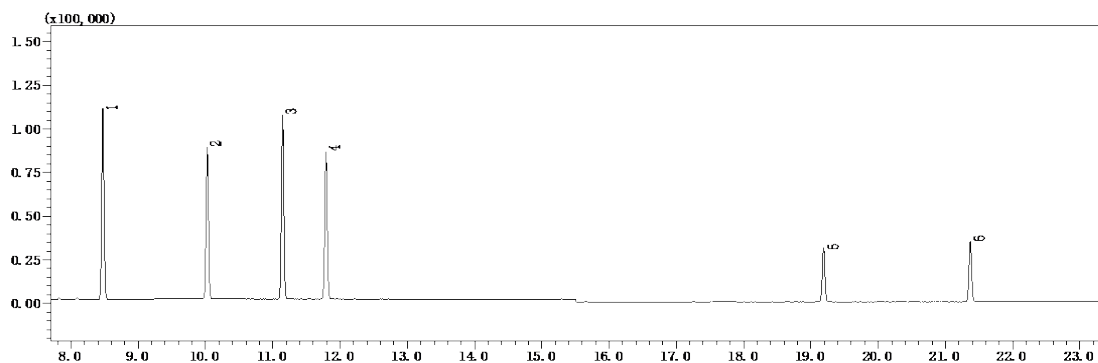


图 1 6 种硝基苯混合标准溶液色谱图 (0.5 µg/mL)

表 1 化合物的中英文名称、保留时间、选择离子和 CAS 号

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	硝基苯	Nitrobenzene	98-95-3	8.452	77	123、51
2	2-硝基甲苯	2-Nitrotoluene	88-72-2	10.023	120	65、91
3	3-硝基甲苯	3-Nitrotoluene	99-08-1	11.158	91	137、65
4	4-硝基甲苯	4-Nitrotoluene	99-99-0	11.807	91	137、65
5	2,6-二硝基甲苯	2,6-Dinitrotoluene	606-20-2	19.224	165	89、63
6	2,4-二硝基甲苯	2,4-Dinitrotoluene	121-14-2	21.401	165	89、63

### 3.2 标准曲线及检出限

分别配制浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1、5 µg/mL 的混合标准溶液，取 1 µL 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，各组分标准曲线及质量色谱图如图 2 和图 3 所示。根据 0.05 µg/mL 标准品数据，计算各化合物检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

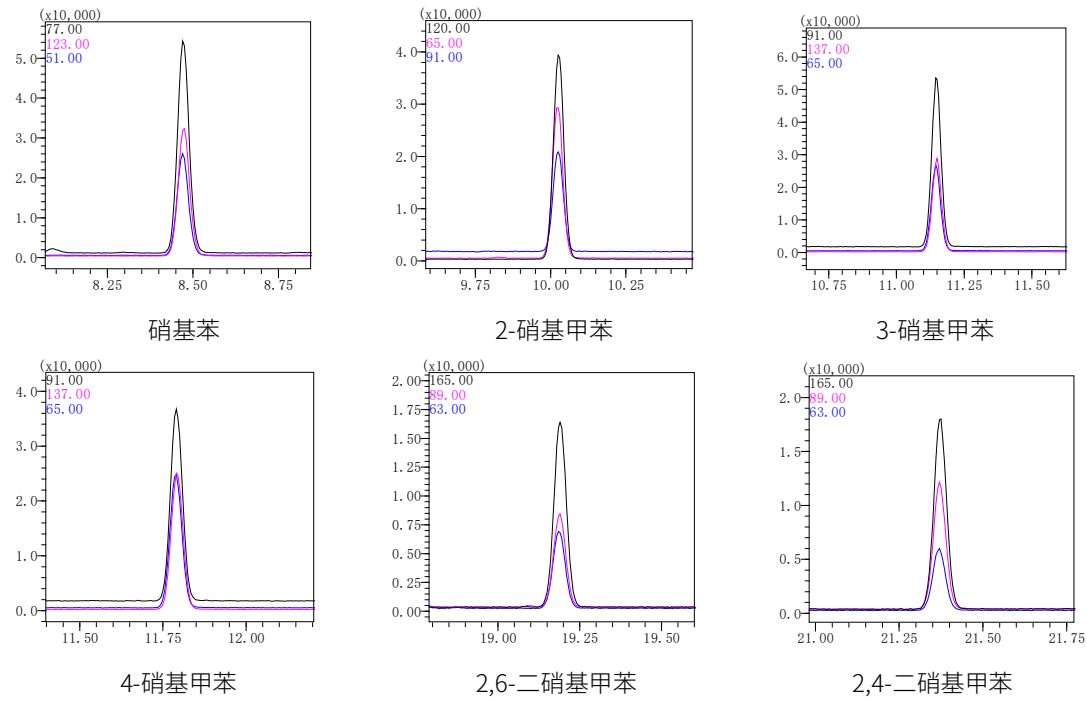


图 2 各化合物质量色谱图 (0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

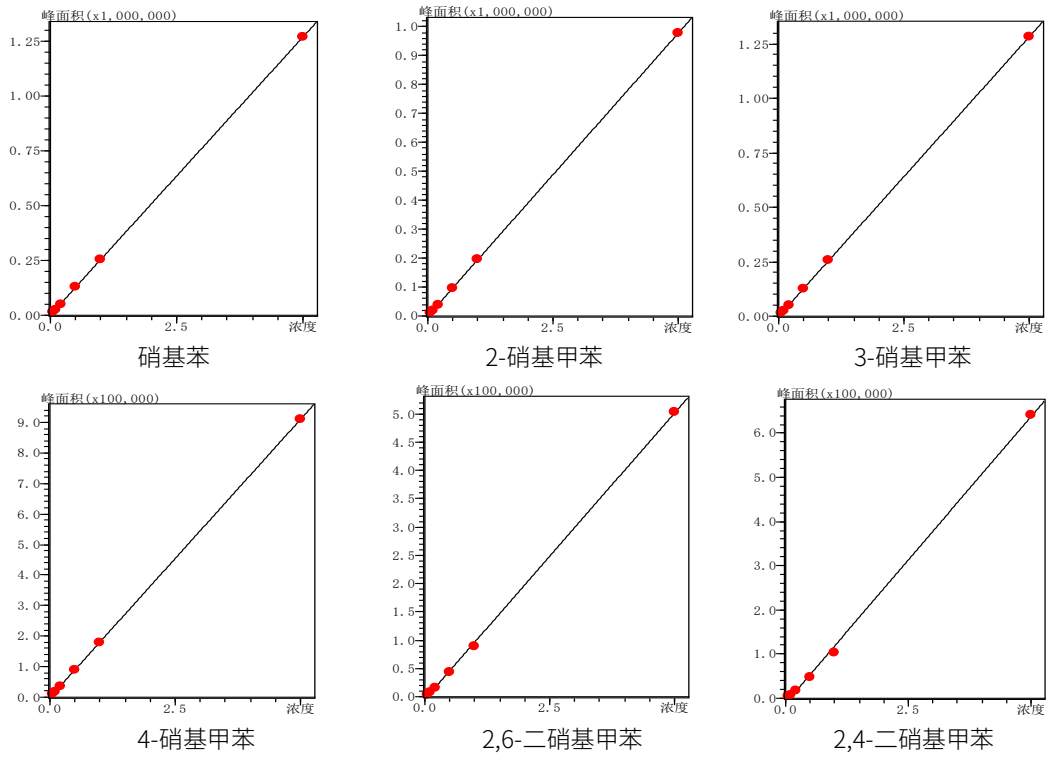


图 3 硝基苯各组分标准曲线

表 2 相关系数及检出限结果

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.05 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液 RSD% (n=6)
1	硝基苯	0.9999	1.92	4.51
2	2-硝基甲苯	0.9999	1.63	4.58
3	3-硝基甲苯	0.9999	3.01	3.27
4	4-硝基甲苯	0.9999	4.67	3.84
5	2,6-二硝基甲苯	0.9997	3.71	4.82
6	2,4-二硝基甲苯	0.9993	5.86	5.27

### 3.3 重复性测试

取 0.05  $\mu\text{g/mL}$  标准品溶液, 连续进样 6 次, 考察仪器的重复性, 测定结果见表 2。6 种硝基苯类化合物峰面积重复性结果的 RSD% 均小于 5.27%, 说明仪器的重现性良好。

### 3.4 加标回收率

分别取爽肤水和护手霜空白样品, 加入一定量的混标溶液, 加标浓度为 5  $\text{mg/kg}$ , 按照上述前处理方式处理完成后上机分析, 平行做样 3 次, 其加标回收率见表 3 所示。从结果中可以看出, 该方法的回收率在 83.3%~110.7% 之间, 回收率结果良好。

表 3 样品加标回收率

ID	组分名称	爽肤水样品回收率 % (n=3)	护手霜样品回收率 (n=3)
1	硝基苯	83.3	92.3
2	2-硝基甲苯	88.6	94.5
3	3-硝基甲苯	91.3	93.1
4	4-硝基甲苯	96.7	99.8
5	2,6-二硝基甲苯	100.4	108.3
10	2,4-二硝基甲苯	107.6	110.7

## 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪测定化妆品中 6 种硝基苯类化合物含量, 在 0.05~5  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内标准曲线线性良好, 相关系数均在 0.9993 以上。0.05  $\mu\text{g/mL}$  标准品溶液连续进样 6 针, 峰面积 RSD 小于 5.27%, 精密度良好。对样品进行加标回收率实验, 加标量为 5  $\mu\text{g/kg}$ , 平行处理 3 份, 其加标样品的平均回收率在 83.3%~110.7% 之间。该方法参照 SN/T 4442-2016 的前处理方法, 简单方便, 灵敏度好, 完全满足对化妆品中硝基苯类化合物含量测定的要求。