

# GCMS法测定化妆品中的间苯二酚

## GCMS-105

**摘要：** 间苯二酚是一种重要的化工原料，广泛用于染料、塑料、医药等工业领域，同时由于具有抗菌和溶解角质的作用被广泛用于化妆品中，但因其具有一定的皮肤毒性，所以含量受到严格限制。因此测定化妆品中间苯二酚残留量对于关注公众健康有着极为重要的意义。本文采用气相色谱-质谱联用法对化妆品中的间苯二酚进行测定。线性、回收率，重复性良好。该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

**关键词：** 气相色谱-质谱联用法 化妆品 间苯二酚

间苯二酚主要用于染料工业、塑料工业等领域，具有毒性，可引起头痛、头昏、抽搐，涂在皮肤上可引起皮肤损害，并可吸收中毒甚至引起死亡，是国际公认的“三致”物质——致癌、致突变、致畸。最主要是其还可以导致白血病、癌症等恶性血液疾病。

日前，国家质检总局公布了326批不合格进口产品，其中涉及数个日韩大品牌，如日本“蝶翠诗”（DHC）化妆水中含有间苯二酚，建议消费者立即停止使用。这一问题引起了公众关注和政府相关职能部门的高度重视。为进一步加强化妆品安全评价工作，规范化妆品中禁用物质，国家食品药品监督管理局于2012年1月颁布了化妆品中间苯二酚检测方法。

目前测定酚类化合物最常用的是高效液相色谱法和气相色谱法。而气相色谱-质谱联用法除了根据保留时间定性外，还可以通过选择离子模式排除复杂基体中杂质的干扰，定量可靠性高。因此本实验对化妆品样品通过甲醇超声作者：袁宁广州分析中心 skcyn@shimadzu.com.cn 提取，利用气相色谱-质谱联用仪进行定性定量分析。方法操作简单，重复性好，灵敏度高，回收率在96%~113%之间，适用性强。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱-质谱联用仪

#### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃

柱温程序：50℃ (2 min)\_10℃ /min\_100℃  
\_40℃ /min\_300℃ (2 min)

恒线速度：36 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：30:1

进样量：1 μL

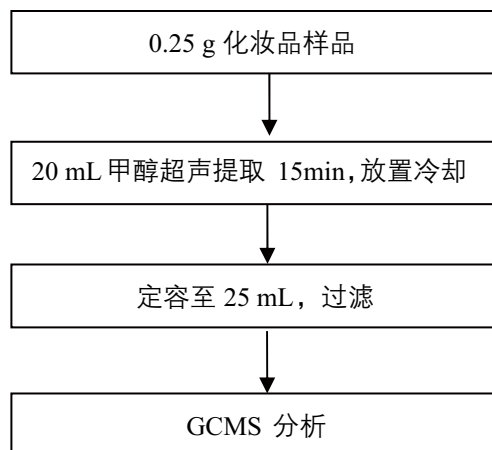
离子化方式：EI

离子源温度：230℃

色谱质谱接口温度：290℃

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式 (110、81、82) 进行定量分析。

### 样品的制备



## 结果讨论

### 3.1 间苯二酚色谱图

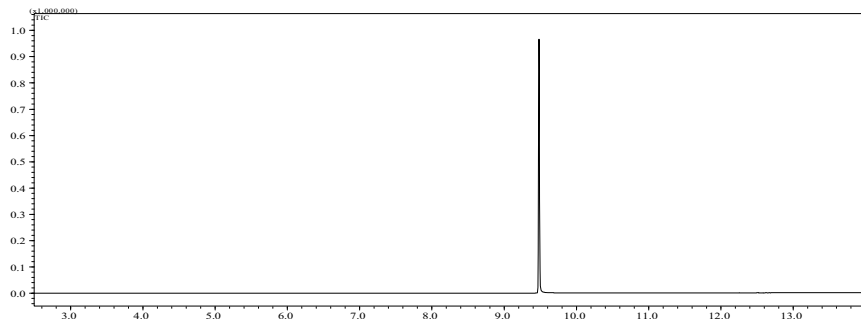


图1 间苯二酚标准溶液的总离子流图

### 3.2 标准曲线

准确称取间苯二酚标准品，用甲醇配制成一标准储备液，依此标准储备液配制出系列浓度为 1、10、20、50、100、200  $\mu\text{g/mL}$ 。以选择离子方式采集，得到标准曲线如图 2 所示，相关系数为 0.99976。以三倍噪音计算间苯二酚检出限为 0.18  $\mu\text{g/mL}$ 。以十倍噪音计算间苯二酚定量限为 0.60  $\mu\text{g/mL}$ 。

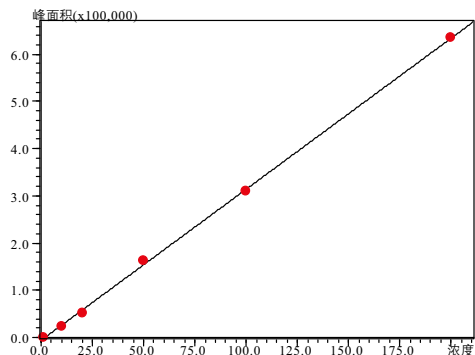


图2 间苯二酚的标准曲线图

### 3.3 重复性测试

取 10  $\mu\text{g/mL}$  间苯二酚标准溶液重复进样 6 次，结果见表 2，结果表明重复性良好。

表 1 间苯二酚重复性结果

	1	2	3	4	5	RSD(%)
峰面积	22090	22681	24254	25637	25958	6.4
保留时间	9.485	9.485	9.485	9.485	9.485	0.004

### 3.4 回收率测试

取化妆品样品 0.25 g，加入间苯二酚标样，加标样品最终浓度为 20  $\mu\text{g/mL}$ ，平行处理 3 份，回收率结果如表 3 所示，回收率在 96% -113% 之间。

表 2 加标回收率

加标量( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率(%)			平均值(%)	RSD(%)
	1	2	3		
20	107.95	112.85	96.55	105.78	7.9

## ■ 结论

化妆品样品经甲醇超声提取，利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪对化妆品样品中的间苯二酚进行定性定量分析，方法操作简单，重复性好，灵敏度高，回收率在 96% ~ 113% 之间，完全满足化妆品中间苯二酚检测的要求。