

化妆品中禁用、限用物质检测全面解决方案

— LC、GC、LC/MS、GC/MS、光谱、色谱柱和前处理



Agilent Technologies

前言

中国已成为全球最大化妆品市场之一，化妆品 2014 年销售额达 2000 多亿元，约占全球化妆品市场的 8.8%，仅次于美国，增长速度惊人。面对蓬勃发展的市场需求，化妆品行业的监管、安全问题以及消费者对化妆品市场的认知已成为社会各界关注的焦点。为了保护消费者的利益和满足我国化妆品监管实际的需要，结合行业发展和科学认识的提高，国家食品药品监督管理总局也加快了相关法规和检测标准的制定与更新。目前，最新版的《化妆品安全技术规范》（2015 年版，简称《技术规范》）是原卫生部印发的《化妆品卫生规范》（2007 年版，简称《卫生规范》）的修订版，2015 年 11 月经化妆品标准专家委员会全体会议审议通过，由国家食品药品监督管理总局批准颁布，自 2016 年 12 月 1 日起施行。

新版的《化妆品安全技术规范》在化妆品安全性保障方面比之前的《卫生规范》做了进一步提高。根据科学合理、保障安全的原则，调整了化妆品中的禁限用组分要求，调整了部分准用组分的限量要求和限制条件。同时，根据部分安全性风险物质的风险评估结论，调整了铅、砷的管理限值要求，增加了镉的管理限值要求；根据国家食品药品监督管理总局规范性技术文件的要求，收录了二噁烷和石棉的管理限值要求。在保留《卫生规范》原有相关检验方法的基础上，收录了国家食品药品监管部门颁布的 60 个针对有关化妆品中禁限用物质的检验方法，满足化妆品技术研发和安全监管的需要。

安捷伦科技作为全球主要的实验室分析解决方案的供应商，拥有全面、丰富的产品线，产品系列覆盖 LC、LC/MS、GC、GC/MS、原子光谱、分子光谱、色谱柱及样品前处理等各个分析仪器领域，能够为用户提供真正全面的解决方案。

针对以上国家颁布的检验方法，同时以《化妆品安全技术规范》（2015 年版）为基础，安捷伦科技推出了一整套、全面的化妆品中禁用、限用物质检测方案，其中包括所用仪器类型、仪器分析条件、样品前处理方法、以及实际样品分析结果等等。在整套方案中，除了采用标准规定的检验方法外，还增加了安捷伦开发的一些更简便、更通用的分析方法。



目录

液相色谱	4
应用实例 — 化妆品中颜料橙等 5 种禁用着色剂的测定.....	5
液质联用	7
应用实例 — 化妆品中甲硝唑、氯霉素、林可霉素及克林霉素的测定.....	8
气相色谱、气质联用	10
应用实例 — 化妆品中 1,3-二噁烷的测定 (GC/MSD 法)	12
应用实例 — 化妆品中 1,4-二噁烷的测定 (GC/QQQ 法)	14
原子光谱	15
应用实例 — 化妆品中铅、汞、砷、镉的测定 (AAS 法)	17
应用实例 — 化妆品中金属元素的测定 (ICP-OES 法)	19
应用实例 — 化妆品中钆等 15 种稀土元素的测定 (ICP-MS 法)	21
色谱柱和样品前处理	23
应用实例 — 化妆品中 41 种糖皮质激素类药物的测定	24
更胜一筹的解决方案不仅局限于仪器本身 — Agilent CrossLab	27
安捷伦科技关于“化妆品中禁限用物质检测解决方案”一览	29
化妆品中禁用、限用物质分类及检测手段	30

液相色谱

化妆品中的各种成分鉴定、限用/禁用物质的检查，直接决定化妆品质量优劣及使用安全。液相色谱因具有检测范围广、分离效率高和自动化程度强等特点，已广泛用于化妆品中有机物的检测。比如化妆品中的维生素、防腐剂、防晒剂、激素、色素、抗氧化剂、染料等均可采用液相色谱来完成分析。随着近年来化妆品种类的增加以及使用频率的提高，对液相色谱检测化妆品的速度、分离度和灵敏度又提出了更高的要求。如何根据化妆品种类和待测数量选择合适的液相色谱系统成为实验室面临的新问题。安捷伦第二代 InfinityLab 液相色谱系列为广大分析工作者量身打造具有三款不同特点的液相色谱平台，在全面提升液相色谱性能同时，还可以满足不同实验室的需求。



1220 Infinity II LC
无限超值
600 bar, 10 mL/min
80 Hz
高性价比
可运行 HPLC 和 UHPLC 方法
部分采用 1260/1290 技术



1260 Infinity II LC
无限信心
600 bar, 10 mL/min
120 Hz
具备 UHPLC 能力
2x 或 10x UV 灵敏度提升
100% 兼容 HPLC 方法



1290 Infinity II LC
无限强大
1300 bar, 5 mL/min
240 Hz
最高性能与灵活性
通用型 UHPLC 平台
最高兼容性

新：UHPLC 工作效率，HPLC 维护成本

- 新的售后服务价格，与 1200 相近，极具吸引力的维护合同
- 业内已证明的优秀耐用性，比 1100 时代提高 2 倍以上
- 日益提高的部件寿命，延长了维护周期
- 充分考虑到维护方便性的新设计，使得维护、诊断和维修更便捷

增强：更大的灵活性和更高的性能

- 多种应用方法开发方案
- 为高通量实验室提供的高容量进样器
- 最新、最低交叉污染解决方案 (< 0.0009% 或 < 9 ppm, 使用 1290 Infinity II Multisampler 的 Multi-Wash 功能时)
- 更超值的入门级配置

应用实例 — 化妆品中颜料橙等 5 种禁用着色剂的测定

引言

着色剂，是一类化学染色剂，添加到化妆品中起增色作用，然而以颜料橙和苏丹红等为代表的这一类着色剂具有很强的致癌性。《化妆品卫生规范》（2015 年版）中对多种着色剂有着明确的限量规定。

化合物基本信息

5 种禁用着色剂基本信息

化合物中文名	英文名	CAS
酸性黄 36	Acid Yellow 36	587-98-4
颜料橙 5	Pigment Orange 5	3468-63-1
颜料红 53:1	Pigment Red 53	5160-02-1
苏丹红 II	Solvent Orange 7	3118-97-6
苏丹红 IV	Solvent Red 24	85-83-6

实验部分

色谱条件

仪器：Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统- 二极管阵列检测器 (LC-DAD)

色谱柱：Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm

进样量：1 μL

流动相：A) 乙腈

B) 含 10 mmol/L 四丁基氢氧化胺和 10 mmol/L 柠檬酸的缓冲溶液，氨水调节 pH 值至 8.2

洗脱：时间 (min)	B%
0	70
2	0
6	0
8	70
8.8	70

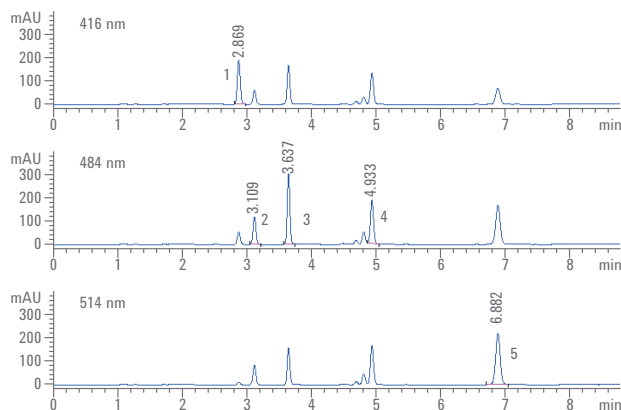
流速：0.2 mL/min

柱温：30 °C

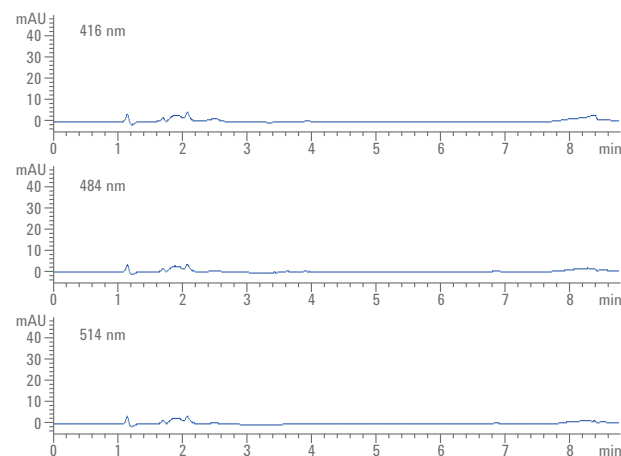
检测波长：416 nm (酸性黄 36)；484 nm (颜料橙 5、颜料红 53:1、苏丹红 II)；514 nm (苏丹红 IV)

分离时间：8.8 min

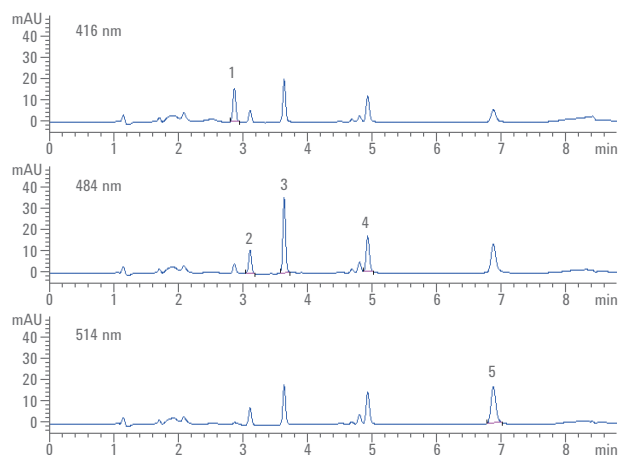
实验结果



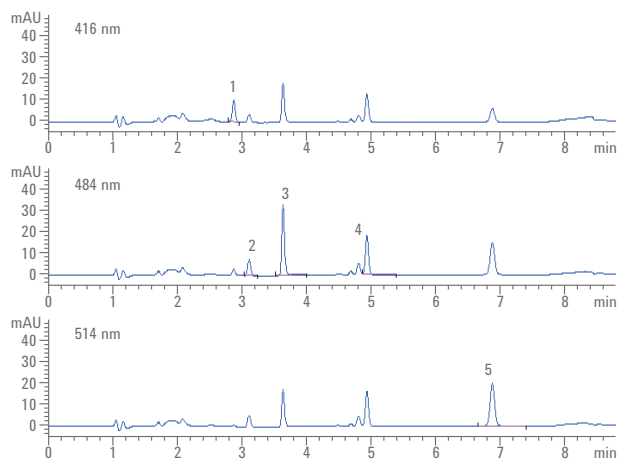
5 种禁用着色剂的标准溶液色谱图 (50 μg/mL)：1、酸性黄 36；2、颜料红 53:1；3、颜料橙 5；4、苏丹红 II；5、苏丹红 IV



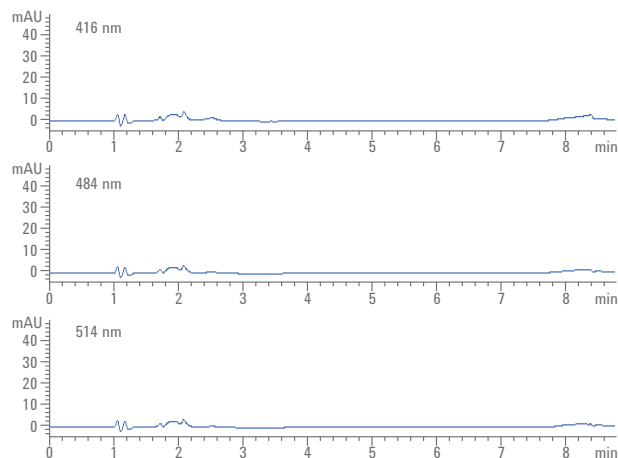
唇膏空白样品色谱图



唇膏加标样品色谱图：1、酸性黄 36；2、颜料红 53:1；3、颜料橙 5；4、苏丹红 II；5、苏丹红 IV



散粉加标样品色谱图：1、酸性黄 36；2、颜料红 53:1；3、颜料橙 5；4、苏丹红 II；5、苏丹红 IV



散粉空白样品色谱图

唇膏和散粉样品中 5 种禁用着色剂的分析结果和回收率数据

样品	化合物	保留时间/min	含量/ μg	回收率/%
唇膏	酸性黄 36	2.87	35.4	70.8
	颜料红 53:1	3.11	41.4	82.8
	颜料橙 5	3.63	54.1	108.2
	苏丹红 II	4.93	48.8	97.6
	苏丹红 IV	6.87	48.4	96.8
散粉	酸性黄 36	2.87	22.4	44.8
	颜料红 53:1	3.11	27.1	54.1
	颜料橙 5	3.63	54.0	108.0
	苏丹红 II	4.93	50.6	101.2
	苏丹红 IV	6.87	48.8	97.6

结论

实验结果表明本方法对 5 种着色剂具有良好的分离度。实际样品测试表明，本方法可以避免其他组分杂质的干扰，标准曲线线性相关系数可达 0.999 以上，回收率满足国标规定，本方法可作为化妆品中 5 种禁用着色剂测定的重要参考方案。

液质联用

目前化妆品的种类繁多、功效复杂，消费者对其质量要求很高。一些劣质化妆品往往通过加入化学品包括激素、抗生素等方法来提高其短期效果，对于消费者的身体健康非常有害。同时由于其成分非常复杂和低含量，对于这些非法添加常规检测方法往往难以检测。安捷伦科技的液相色谱-质谱联用技术凭借其优秀的抗污染能力以及无与伦比的灵敏度及选择性，可以对化妆品中的激素、抗生素、污染物以及其他过敏原成分明察秋毫，是进行化妆品质量检测的最佳选择。

安捷伦科技拥有可应用于化妆品中各类禁用、限用物质分析的完整 LC/MS 产品平台



6100 系列单四极杆质谱
操作简单，灵敏度高。用于常规的定量分析和质量控制/评价



6400 系列 QQQ
高灵敏度的多反应监测功能用于目标化合物的精确定量分析



6500 系列 Q-TOF
出色的 MS/MS 灵敏度及精确质量数测定用于化合物结构解析鉴定



6200 系列 TOF
精确质量数的高通用分析，用于化合物的筛选和确认



全新 1290 超高性能液相色谱系统
适用于复杂基质中目标化合物的高灵敏度、高通量分离分析

全面定性分析

精确定量分析

新型的结合 iFunnel 离子漏斗技术的 Agilent 6495 三重四极杆液质联用系统 (LC/QQQ) — “无与伦比的定量分析工具”

喷射流离子聚焦技术 Agilent Jet Stream

- 离子源温度聚焦
- 大幅提升去溶剂化效率，产生更多气态离子
- 形成一个富离子区域



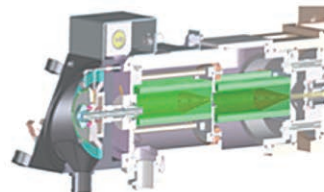
六孔采样毛细管 Hexabore Capillary

- 全新设计毛细管具备 6 个通道入口
- 能够从离子源获取多达 6 倍的富离子气体，从而让更多的离子进入质谱



独一无二的双级离子漏斗 Dual Ion Funnel

- 去除气体，同时捕获离子
- 去除中性气体
- 延长分子涡轮泵寿命



应用实例 — 化妆品中甲硝唑、氯霉素、林可霉素及克林霉素的测定

引言

抗菌类化合物能够起到消炎、杀菌等作用，因此有可能被用于去痘、去头屑等化妆品或洗发水中。然而，作为处方药的抗菌素，长期与人体接触会使人产生过敏、贫血等多种不良反应。卫生部颁布的《化妆品卫生规范》（2007年版）就明确规定，禁止在化妆品中使用甲硝唑等多种抗菌素。

化合物基本信息

甲硝唑、氯霉素、林可霉素及克林霉素基本信息

化合物	英文名	CAS
甲硝唑	Metronidazole	443-48-1
氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7
克林霉素	Clindamycin hydrochloride	58207-19-5
林可霉素	Lincomycin hydrochloride	7179-49-9

实验部分

色谱条件

仪器：Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统/6470 三重四极杆液质联用系统 (LC/QQQ)

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-Aq, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm

进样量：2 μL

流动相：A) 含 0.1% 甲酸的水溶液

B) 乙腈

梯度程序：时间/min	B%
0	5
5.0	5
5.1	95
7.0	95
7.1	5

流速：0.3 mL/min

柱温：30 °C

分离时间：8.5 min

质谱条件

离子源：ESI

干燥气流量：5 L/min

干燥气温度：350 °C

雾化器压力：45 psi

鞘气流量：12 L/min

鞘气温度：400 °C

毛细管电压：3500 V

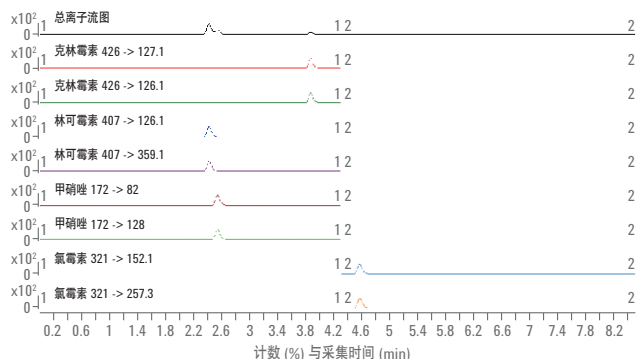
电离模式：时间/min	模式
0	正离子
4.3	负离子

MRM 参数：如下表

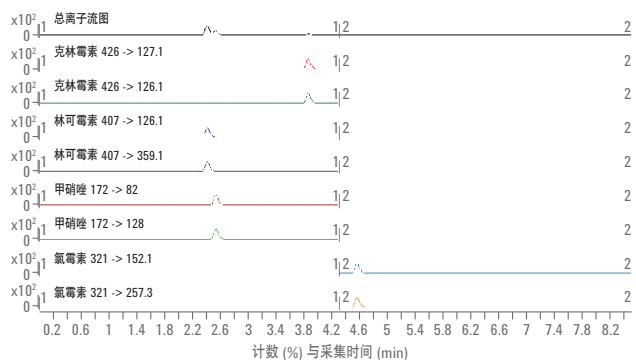
液质联用系统分析化妆品中甲硝唑、氯霉素、林可霉素及克林霉素的 MRM 参数

化合物	MRM 离子	驻留时间/s	碎裂电压/V	碰撞活化/V
甲硝唑	172 → 128 (8V)	60	95	3
	172 → 82(24V)	60	95	3
林可霉素	407 → 359.1(16V)	60	140	3
	407 → 126.1(28V)	60	140	3
克林霉素	426 → 127.1(32V)	60	135	3
	426 → 126.1(28V)	60	135	3
氯霉素(-)	321 → 152.1(4V)	200	120	3
	321 → 257.3(12V)	200	120	3

实验结果



标准溶液的总离子流色谱图及 MRM 谱图



面膜加标样品的总离子流色谱图及 MRM 谱图

面膜中甲硝唑、氯霉素、林可霉素及克林霉素的分析结果和回收率数据

样品	化合物	保留时间/min	回收率/%
面膜	林可霉素	2.42	92.9
	甲硝唑	2.53	102.2
	克林霉素	3.83	91.0
	氯霉素	4.58	95.8
化妆水	林可霉素	2.43	90.1
	甲硝唑	2.53	93.2
	克林霉素	3.82	84.1
	氯霉素	4.57	101.8

结论

由于待测化合物的强极性，反相色谱需采用接近纯水相的流动相，色谱柱需要有相应的耐受性，故而采用 SB-Aq 柱比较合适。本实验结果表明，前处理采用甲醇与乙腈提取均可获得满意的回收率。但应注意，采用乙腈提取时，对于乳状样品不应采用饱和氯化钠溶液分散，否则会出现分层，从而使乙腈层的样品回收率明显降低。本方案的样品前处理简单快捷，回收率满足国标规定，可作为化妆品中甲硝唑等 4 种抗菌素检测的参考方法。



7890B 气相色谱系统 (GC), 更加智能、可靠、高效、节能!

- 第五代电子气路控制器 (EPC) — 控制精度 0.001 psi
- 全面的情性流路设计 — 提高分析极性化合物时的性能
- 节能环保功能 — 具有睡眠和唤醒功能, 节省电力、载气等资源
- 扩展功能 — 多检测器、保留时间锁定、低热容技术、微板流控

5977B 单四极杆气质联用系统 (GC/MSD), 更加灵敏、精确、稳定、高效!

- 高温、情性 Extractor 离子源 — 改善离子传输效率, 提高灵敏度; 情性材料制成, 最高使用温度可达 350 °C
- 石英镀金双曲面可加热四极杆 — 唯一可加热四极杆, 抗污染, 免维护, 最高使用温度 200 °C
- 三重离轴检测器 — 碎片离子在到达检测器之前连续改变运动方向, 摆脱中性分子, 降低噪音
- 智能设计 — 气相和质谱间直接通讯, 以全面保护仪器
- 反吹功能 — 通过自动改变载气流动方向, 将高沸点样品基质吹出色谱柱, 确保色谱柱和离子源长期保持干净状态; 还能在不泄真空、不停机的情况下更换色谱柱
- GCMS 工作站 — ChemStation 和 MassHunter, 实现高通量数据分析

7000 系列三重四极杆气质联用系统 (GC/QQQ), 依靠强大的二级质谱能力, 最大程度排除样品基质干扰, 提高检测结果的可靠性和灵敏度!

- 创新高效情性离子源 — 唯一一款检出限低至 ag 级别的串联气质
- 最短离子驻留时间 — 最低 0.5 ms 的驻留时间确保单位时间内采集更多的离子碎片, 提高分析速度和效率
- 专利的氦气淬灭技术 — 降低氦气中性分子噪音, 确保检测灵敏度
- MRM 模式 — 有效避免复杂基质对目标化合物检测的干扰, 降低检出限
- 石英镀金整体成形双曲面四极杆 — 可在 106-200 °C 范围内独立控温, 保证热稳定性和重现性, 终生免维护
- 全面、灵活的 MRM Database 数据库 — 超过 1070 种农药和环境污染物的 MRM 数据库 (包括农药残留、邻苯二甲酸酯、多溴联苯、多溴联苯醚、多环芳烃和半挥发性有机物), 每个化合物平均提供 8 个母离子-子离子对, 3 种保留时间锁定的 GC 分析方法
- 界面友好的 MassHunter 质谱软件 — 用于仪器控制和高通量数据分析, 可以直接用 MRM 数据库信息建立 MRM 数据采集方法



7000 系列三重四极杆气质联用系统

应用实例 — 化妆品中 1,3-二噁烷的测定 (GC/MSD 法)

引言

二噁烷的最常见用途是作为溶剂、乳化剂和去垢剂等，其可通过呼吸道、消化道和皮肤粘膜吸收进入人体。高浓度二噁烷对人有麻醉和刺激作用，可引起眼和上呼吸道刺激症状，伴有头晕、头痛、嗜睡、恶心和呕吐等。根据卫生部颁发的《化妆品卫生规范》（2007 年版）规定，二噁烷属于化妆品中禁止使用的物质。

化合物基本信息

1,3-二噁烷基本信息

化合物	英文名	CAS
1,3-二噁烷	1,3-Dioxane	505-22-6

实验部分

色谱和质谱条件

仪器: Agilent 7697A 顶空进样器 — 7890A 气相色谱/
5975C 单四极杆气质联用系统 (HS-GC/MSD)

进样口温度: 250 °C

分流比: 10:1

载气: 氮气, 2 mL/min

色谱柱: Agilent DB-5MS, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm

柱温箱: 从 50 °C, 以 20 °C/min 的速率升温到 150 °C

离子源温度: 230 °C

四极杆温度: 150 °C

接口温度: 280 °C

采集模式 选择离子监测 (SIM)

特征离子 (*m/z*) 87.0, 58.0, 59.0

顶空条件

载气控制: 气相进样口 EPC

顶空温度: 80 °C

样品环温度: 120 °C

传输线温度: 140 °C

样品环规格: 1 mL

样品瓶规格: 20 mL

样品瓶平衡时间: 30 min

样品瓶加压值: 15 psi

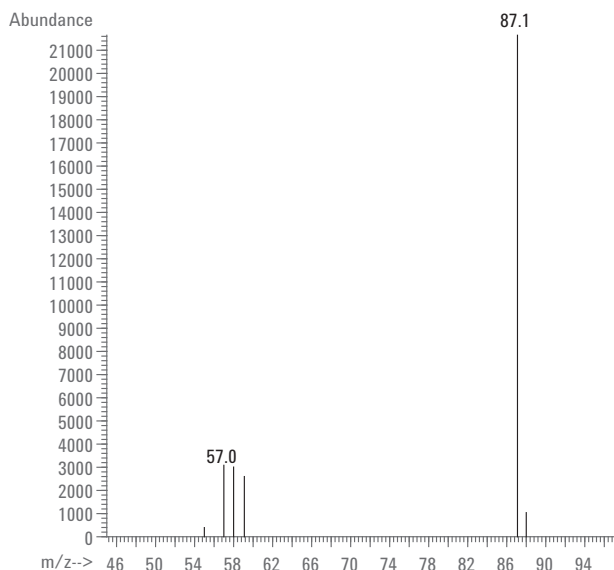
样品瓶充气速率: 50 mL/min

进样持续时间: 0.5 min

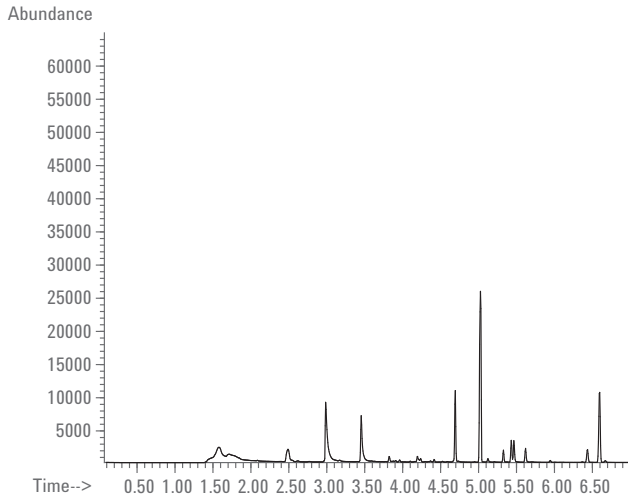
样品瓶震荡设置: 18 /min

样品瓶加压气体: 氦气

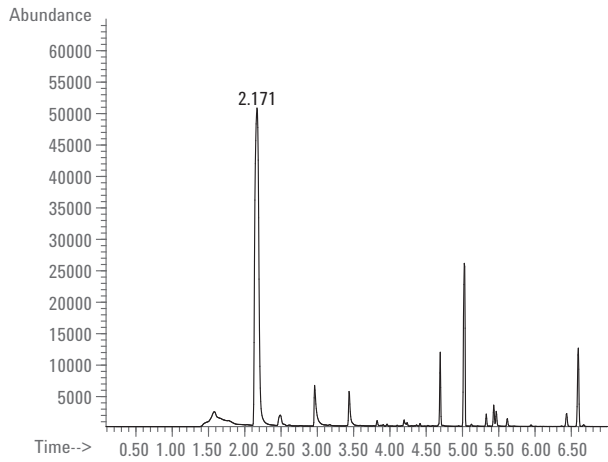
实验结果



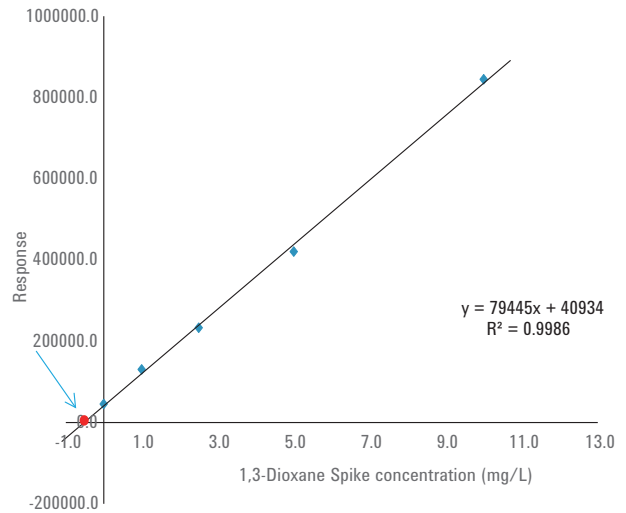
1,3-二噁烷标准溶液 (50 ng/mL) 的质谱图



乳液空白样品的气质联用系统选择离子监测色谱图



乳液加标样品（添加浓度为 50 ng/mL）的气质联用系统选择离子监测色谱图



1,3-二噁烷的标准曲线，绘制所用标准溶液浓度分别为 0、1、2.5、5、10、50、100 mg/L

乳液空白和加标样品的分析结果

样品	质量/g	保留时间/min	含量/ng	加标量/ng	回收率
乳液空白	0.997	--	--	--	--
乳液加标	1.0113	2.171	0.51	0.50	102%

注：“--”表示未检出

结论

本方法的定量采用标准加入法，又名标准增量法，是分别在数份相同体积的样品溶液中加入不等量的标准溶液（一定要有一份加入的标准溶液体积为零），按照绘制标准曲线的步骤测量峰面积，以加入的标准溶液浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线，用外推法（延长标准曲线，和横坐标相交处数值的绝对值）就可得到样品溶液中目标物的浓度，一般适用于组分复杂的未知样品。

应用实例 — 化妆品中 1,4-二噁烷的测定 (GC/QQQ 法)

实验部分

顶空、色谱和质谱条件

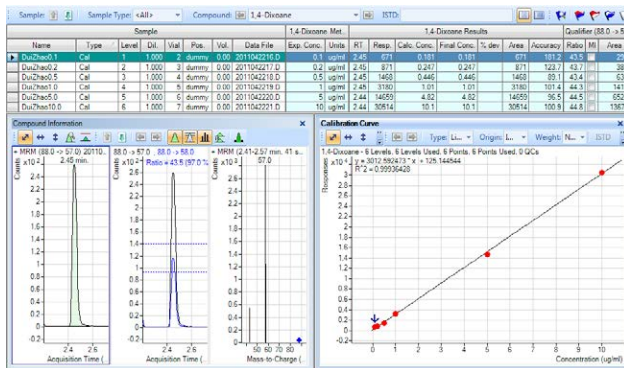
仪器: Agilent 7697A 顶空进样器 – 7890A 气相色谱/7000C 三重四极杆气质联用系统 (HS-GC/QQQ)

采集模式: 多反应监测 (MRM)

监测离子对: m/z 88 \rightarrow 57, m/z 88 \rightarrow 58

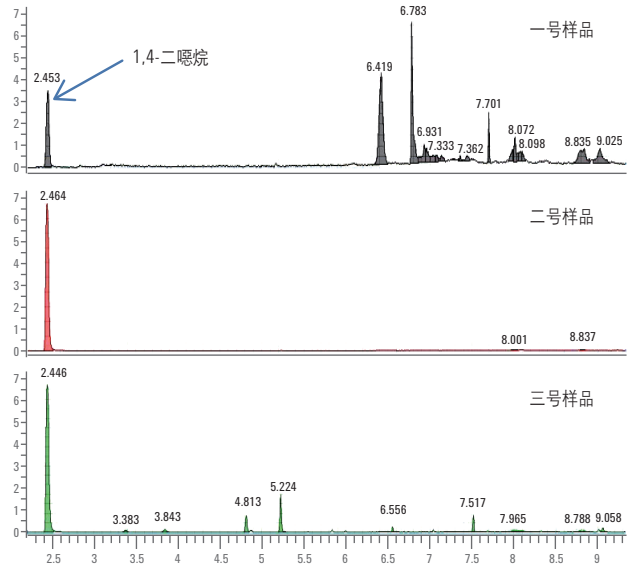
其余分析条件: 同国标

实验结果



左图为 1,4-二噁烷标准溶液 (0.1 $\mu\text{g/mL}$) 的 MRM 色谱图和质谱图

右图为 1,4-二噁烷的标准曲线, 其相关系数为 0.9994, 绘制所用标准溶液浓度分别为, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 5.0, 10 $\mu\text{g/mL}$



使用 GC/QQQ 在 MRM 模式下分析三种样品中 1,4-二噁烷所得色谱图 (1,4-二噁烷保留时间为 2.45 min)

结论

由于串联气质有很好的选择性, 可以将绝大部分噪音排除, 图中一号样品中 1,4-二噁烷的含量已经低于 0.01 $\mu\text{g/mL}$, 但是其谱峰仍然很明显。

原子光谱

安捷伦原子光谱产品平台，引领原子光谱创新之路

在《化妆品安全技术规范》(2015 版) 中规定了化妆品的安全通用要求，其中明确指出砷、铅、汞、镉属于有害物质，必须严格控制其限值，四种重金属需要使用火焰原子吸收光谱仪进行检测。此外，在化妆品检测和评价方法的理化检验中还列出了钷等 15 种元素的检测需要使用电感耦合等离子体质谱仪。

随着近年来化妆品重金属和稀土元素超标的事件频发和检测技术的提高，人们对化妆品中有毒有害物质的检测日益重视，要求的限值也越来越低，传统的火焰原子吸收光谱仪由于其灵敏度差和工作效率低的局限性已很难适应新的发展要求；石墨炉原子吸收光谱仪检测有些元素（如铅和镉）尽管灵敏度能满足要求，但工作效率低成为其发展的瓶颈。电感耦合等离子体光谱仪 (ICP-OES) 由于具有检测速度快和定性、半定量分析的特点，在高含量元素的高通量检测和高含量超标元素的筛查方面有独特的优势，但该技术的局限性在于很难应对含量低的元素尤其是重金属元素。电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 由于其灵敏度高、检测限低、干扰少、多元素同时快速检测以及定性、半定量的特点，日益成为化妆品中元素分析的最佳选择。目前化妆品检测标准《SN/T 2288-2009 进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钷、铅的检测方法 电感耦合等离子体质谱法》已经采用 ICP-MS 方法，相信未来该技术在化妆品的检测中将发挥越来越重要的地位。

原子光谱平台包括的产品：原子吸收光谱 (AAS)，微波等离子体原子发射光谱 (MP-AES)，电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES)，电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS)，电感耦合等离子体串联质谱 (ICP-QQQ)

				
<p>200 AAS 系列</p> <p>包含了世界上分析速度最快的火焰原子吸收和灵敏度最高的石墨炉原子吸收</p>	<p>4200 MP-AES</p> <p>空气运行，具有更低的运行消耗和更高的使用安全性</p>	<p>5110 ICP-OES</p> <p>世界上分析速度最快、性能最好、使用成本最低的 ICP-OES</p>	<p>7900 ICP-MS</p> <p>迄今为止基体耐受力最强、灵敏度最高、最易使用的单四级杆 ICP-MS</p>	<p>8900 ICP-QQQ</p> <p>变革 ICP-MS 技术，扫清一切干扰，为高难度应用提供前所未有的机遇</p>

240、280 系列 AAS，适用于要求高性能、重视可靠性和易用性的实验室！

- Duo 系列 AAS — 全球唯一可以实现火焰和石墨炉同时分析的原子吸收系统
- 快速序列火焰原子吸收 (FS) — 具有序列式 ICP 的速度和效率，为您的实验室提供高效率和高收益
- 灵敏度最高的石墨炉 AA — 测定 ppb 级重金属如 As、Pb 和 Cd 的首选技术，塞曼背景校正技术具有优异的炉性能和消除干扰能力

4200 MP-AES，因空气而改变，重新定义元素分析！

- 专利的微波导波技术 — 唯一使用氮气作为工作气体的元素分析技术，提高安全性，节约使用成本
- 即插即用式硬件设计 — 可避免在矩管调整和气体管路连接上花费较多时间，实现快速启动和分析
- 多模式进样系统 (MSIS) — 可同时分析砷、汞、硒等氢化法元素和非氢化法元素，具有低至 ppt 级别的检出限

5110 ICP-OES，史上最快的 ICP-OES，同步双向观测，最小化您的等待时间！

- 垂直矩管设计 — 轻松应对各类复杂基体或挥发性有机溶剂
- 智能光谱组合技术 (DSC) — 一次测量完成水平和垂直信号的同步采集读取
- 节能环保功能 — 高效低成本运行，即开即用，节省电力、气体消耗

7800、7900 ICP-MS，助您快速提高分析效率，提升您的期望值！

- 高性能氦气碰撞模式 — 有效去除干扰，确保数据准确性
- 耐高基体进样技术 HMI — 史无前例的基质耐受能力，减少样品前处理并使信号抑制最小化
- 离轴检测器 — 动态范围最宽，在一次运行中可同时分析常量和痕量元素
- MassHunter 工作站 — 简化方法设置,自动开发方法

8900 ICP-QQQ，精准无忧，扫清一切 ICP-MS 干扰，灵活应对应用难题！

- 独一无二的串联质谱结构 — 全球唯一电感耦合等离子体串联质谱仪供应商，性能更高的第二代串联质谱技术
- 更短的驻留时间 — 最低 0.1 ms 的驻留时间确保单位时间内瞬时信号的快速采集，可用于单纳米粒子分析以及激光剥蚀联用技术最具挑战的应用领域
- 干扰消除能力最强的 ICP-MS — 可精确控制化学反应过程，轻松扫除一切 ICP-MS 干扰，提高最困难元素如硫、硅和钛在复杂基体的检出能力

应用实例 — 化妆品中铅、汞、砷、镉的测定 (AAS 法)

引言

汞和铅作为有效的美白祛斑成分常被人为添加到增白、祛斑类化妆品中，而砷和镉大部分来源于杂质较多的劣质原料或生产过程中引入的污染。根据最新颁发的《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 规定，砷、汞、铅和镉属于有害物质，属于化妆品中限用的物质。汞可能引发神经衰弱、乏力、失眠、烦躁；砷可能导致色素沉着、疼痛；铅会引起过敏性皮炎，损伤神经系统、消化系统、泌尿系统、内分泌系统和骨骼等等；镉及其化合物主要是对心脏、肝脏、肾脏、骨骼肌及骨组织有损害。

元素基本信息

铅、汞、砷、镉元素的基本信息

元素名称	元素符号
铅	Pb
汞	Hg
砷	As
镉	Cd

实验部分

玻璃器皿的清洗

新器皿：将表面杂质（有机物、氧化物和浮尘等）清洗干净后用 6 mol/L 硝酸煮 20 min，再用 1:1 (v/v) 硝酸浸泡过夜，最后用水洗净，晾干；

日常使用器皿：15% ~ 20% 硝酸浸泡过夜后用水洗净晾干即可。汞易吸附，玻璃器皿要用 20% 硝酸浸泡过夜后再用水洗净晾干。

样品前处理 — 微波消解法

称取混匀试样 0.500 g，置清洁的聚四氟乙烯溶样杯中，加水湿润，加入浓硝酸 6.0 mL，浸泡过夜（粉类样品无需过夜）。将其放入电加热设备中 110 °C 加热 30 min 进行预反应，取出冷却，加入过氧化氢 1.0 mL。把聚四氟乙烯溶样杯放入高压密闭溶样罐中，密闭微波消解，在 120 °C 下反应 5 min，160 °C 反应 10 - 15 min，在 200 °C 下反应 10 min。消解完毕后，取出冷却，将消解液定量转移至 25 mL 量瓶中，以水定容，若样品有微小不溶物，需用中速滤纸过滤。同时做空白试验。

此方法消解粉类样品不能做到完全溶解。在消解时加入 2 mL 氢氟酸，能使粉类样品（包括睫毛膏）完全消解。

分析条件

铅、镉的分析条件

仪器	AA 240FS	
元素	铅 Pb	镉 Cd
灯电流 (mA)	4	4
波长 (nm)	217.0	228.8
狭缝宽度(nm)	1	0.5
火焰类型	空气-乙炔	
乙炔流量 (L/min)	2.00	
乙炔流量 (L/min)	13.5	

汞、砷的分析条件

仪器	AA 240FS+VGA77	
元素	汞 Hg	砷 As
灯电流 (mA)	4	10
波长 (nm)	253.7	193.7
狭缝宽度(nm)	0.5 R	0.5 R
背景校正	氙灯	氙灯
载气压力 (MPa)	0.35	0.35
延迟时间 (s)	60	60
还原剂	25% SnCl ₂ + 20% HCl	0.6% NaBH ₄ + 0.5% NaOH
载液	纯水	20% HCl
吸收池	Hg 吸收池	普通吸收池
火焰类型	冷吸收	空气-乙炔

实验结果

标准曲线的绘制：分别配制 0、0.2、0.4 和 1.0 mg/L 系列铅标准溶液，配制 0、0.5、1.0、10 和 20 μg/L 系列汞标准溶液，配制 0、2、4、8、12 和 16 μg/L 系列砷标准溶液，配制 0、0.1、0.2 和 0.4 mg/L 系列镉标准溶液，绘制铅、汞、砷、镉的标准曲线。

AAS 法测定化妆品中铅、汞、砷、镉的方法检出限 (单位: mg/kg)

元素	Pb	Hg	As	Cd
方法检出限	1.50	0.009	0.034	0.20
《技术规范》限值	10	1	2	5

AAS 法测定样品中铅、汞、砷、镉的分析结果 (单位: mg/kg)

元素	妆底液 A	妆底液 B	粉底 A	粉底 B	睫毛膏
Pb	33.29	38.79	< MDL	< MDL	< MDL
Hg	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL
As	4.28	3.20	0.15	< MDL	43.01
Cd	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL

结论

实验用的仪器类型参照《化妆品安全技术规范》，与规定的仪器一致，从结果可见，这些方法能够满足限量检测要求。然而，由于这些重金属的毒性较大，而铅和镉使用火焰原子吸收的灵敏度较差，故如果想准确定量低含量的铅和镉，可以使用石墨炉原子吸收法测定。

应用实例 — 化妆品中金属元素的测定 (ICP-OES 法)

实验部分

试剂、器皿清洗和样品前处理

ICP-OES 法的试剂、器皿清洗和样品前处理与 AAS 法相同。

分析条件

仪器	5100 ICP-OES
RF 功率	1.2 kW
等离子体气流量	12 L/min
辅助气流量	1.0 L/min
雾化气流量	0.7 L/min
积分时间	5 s
读取次数	3 次
观测模式	水平观测

实验结果

ICP-OES 法的方法检出限 (单位: mg/kg)

元素	检出限	元素	检出限
As	0.35	Hg	0.14
Ba	0.005	Pb	0.15
Be	0.004	Sb	0.46
Cd	0.02	Sr	0.003
Cr	0.02	Zn	0.02
Cu	0.09		

注: 稀释系数按 100 倍计算

ICP-OES 法测定实际样品的分析结果 (单位: mg/kg)

元素	妆底液 A	妆底液 B	粉底 A	粉底 B	睫毛膏
As	4.19	3.62	< MDL	< MDL	49.05
Ba	336	286	0.72	0.05	1.10
Be	< MDL	< MDL	0.05	< MDL	< MDL
Cd	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL
Cr	0.41	0.39	1.28	0.30	1.24
Cu	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL
Hg	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL	< MDL
Pb	32.83	37.62	< MDL	< MDL	< MDL
Sb	5.24	4.61	2.80	< MDL	32.84
Sr	9.36	8.86	0.66	0.35	< MDL
Zn	2.15	2.04	1291	5149	3.33

ICP-OES 法测定实际样品 (粉底液 C) 的精密度 (单位: mg/kg, n = 7)

元素	As	Ba	Be	Cd	Cr	Cu	Pb	Sb	Zn
波长	188.980	455.403	313.042	214.439	267.716	327.395	220.353	206.834	213.857
1	0.12	2.87	0.10	0.10	0.12	0.11	0.98	0.03	0.12
2	0.12	2.92	0.10	0.10	0.12	0.11	1	0.03	0.12
3	0.12	2.90	0.10	0.11	0.12	0.11	1.01	0.03	0.12
4	0.12	2.91	0.10	0.10	0.12	0.11	1	0.04	0.12
5	0.13	2.93	0.10	0.10	0.12	0.11	1.01	0.04	0.12
6	0.13	2.94	0.10	0.11	0.12	0.11	1.01	0.04	0.13
7	0.12	2.91	0.10	0.11	0.12	0.11	1.01	0.04	0.12
MEAN	0.12	2.91	0.10	0.10	0.12	0.11	1	0.03	0.12
SD	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0	0.01	0	0
RSD%	1.48	0.79	0.94	0.90	0.99	0.68	0.89	4.67	0.31

ICP-OES 法的加标回收实验结果

元素	妆底液 A	妆底液 B	粉底 A	粉底 B	睫毛膏
As	83%	96%	101%	/	96%
Ba	/	/	105%	104%	104%
Be	98%	103%	99%	99%	95%
Cd	99%	105%	97%	101%	98%
Cr	106%	120%	103%	109%	107%
Cu	104%	108%	104%	107%	105%
Pb	104%	112%	98%	102%	104%
Zn	95%	103%	/	/	93%

说明：“/”表示由于加标浓度不合适，测定值无参考意义

结论

多数化妆品，如水、乳液和油类等化妆品，采用硝酸-过氧化氢体系经湿法消解和微波消解均能得到澄清的溶液，且对元素测定结果无影响。

但是，某些粉质化妆品含有蜡质、滑石粉、钛白粉、高岭土、赭土和褐土等，硝酸-过氧化氢体系消解后，溶液中仍存在一些沉淀物或悬浊物，样品可能未反应完全。加入氢氟酸后消解的样品较为彻底，且对除锑以外的元素基本无影响。若不加入氢氟酸，则锑元素无法检出，即使在彻底消解后的消解液中加入锑标样，过滤后的滤液仍无法检出锑，这表明消解液中二氧化硅等易吸附锑元素。因此采用氢氟酸破坏二氧化硅晶格是十分必要的。

应用实例 — 化妆品中钕等 15 种稀土元素的测定 (ICP-MS 法)

引言

钕等稀土元素广泛存在于自然界中，在化妆品生产过程中可能会有微量混入。根据最新颁布的《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 规定，钕等 15 种稀土元素属于限用成分。正常使用含微量稀土的化妆品对消费者的健康危害较低，但超过一定含量的稀土元素会具有一定的生物毒性，长期接触会对人体造成伤害。例如：稀土元素是明显的肝毒剂，可干扰糖、脂肪、蛋白质、核酸以及药物的代谢，稀土元素中毒后常出现毛囊炎、皮肤瘙痒、干燥、色素沉着等皮肤症状。其中，钕对眼睛和粘膜有很强的刺激性，对皮肤有中度刺激，长期吸收还可导致肺栓塞和肝损害。

元素基本信息

钕等 15 种稀土元素的基本信息

元素名称	元素符号	元素名称	元素符号	元素名称	元素符号
镧	La	铕	Eu	铒	Er
铈	Ce	钆	Gd	铥	Tm
镨	Pr	铽	Tb	镱	Yb
钕	Nd	镝	Dy	镥	Lu
钐	Sm	铥	Ho	钇	Y

实验部分

样品前处理

称取 0.1 - 0.3 g 样品，精确至 0.0001 g，置于酸煮洗净的聚四氟乙烯-四氟乙烯 (PTFE-TFE) 高压消解罐中，加入 5 mL 硝酸 (必要时需加入少量氢氟酸)，2 mL 过氧化氢溶液。加盖，将消解罐置于电热板上预消化 (80 °C) 30 - 40 min，再使其充分冷却。按微波消解仪预先设定好的消解程序加热消解。消解程序结束后，冷却至常温，打开消解罐，将样品消解液转移至干净的 50 mL 聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 塑料瓶中，以少量水洗涤消解罐与盖子 3~4 次，洗液并入 PET 瓶中，定重至 50.00 g，混匀。随同样品进行空白试验。

眼影和粉底需加入 1 mL 氢氟酸，以保证消解完全；化妆水加入硝酸，酸化至 1% 后直接进样。

分析条件

仪器	Agilent 7800/7900 ICP-MS
RF 功率	1500 W
载气流量	0.75 L/min
补偿气流量	0.45 L/min
积分时间	0.3 s
内标选择	Rh 和 Re
碰撞反应池	氦气模式
氦气流量	5 mL/min

实验结果

标准曲线的绘制：所有元素配制 0.00、0.50、1.00、5.00、10.0、20.0、50.0、100 µg/L 系列标准溶液，绘制标准曲线。

ICP-MS 法测定化妆品中钕等 15 种稀土元素的方法检出限 (单位：µg/L)

元素	同位素	检出限	元素	同位素	检出限
La	139	0.013	Dy	163	0.006
Ce	140	0.016	Ho	165	0.001
Pr	141	0.026	Er	166	0.010
Nd	146	0.013	Tm	169	0.002
Sm	147	0.007	Yb	172	0.015
Eu	153	0.003	Lu	175	0.002
Gd	157	0.020	Y	89	0.010
Tb	159	0.002			

ICP-MS 法测定实际样品中 15 种稀土元素的分析结果 (单位: mg/kg)

元素	一号粉底	二号粉底	一号眼影	二号眼影	一号膏样	二号膏样	一号化妆水	二号化妆水
La	4.112	11.78	6.009	0.053	N.D.	0.041	N.D.	0.0210
Ce	8.683	21.98	12.115	0.100	0.023	0.001	0.0001	0.0451
Pr	0.689	24.05	1.173	0.010	N.D.	0.014	N.D.	0.0001
Nd	2.637	9.013	4.517	0.046	N.D.	0.061	0.0001	0.0010
Sm	0.615	1.858	0.743	0.007	N.D.	0.010	N.D.	0.0001
Eu	0.262	5.992	0.148	0.021	N.D.	0.002	N.D.	N.D.
Gd	0.559	1.789	0.626	0.007	N.D.	0.013	0.0001	0.0002
Tb	0.417	0.139	0.079	0.004	0.0005	N.D.	N.D.	N.D.
Dy	0.649	0.530	0.352	0.012	0.0004	0.005	0.0001	N.D.
Ho	0.195	0.072	0.069	0.004	N.D.	0.002	N.D.	N.D.
Er	0.359	0.015	0.211	0.008	0.0016	0.054	N.D.	N.D.
Tm	0.137	0.019	0.038	0.003	N.D.	0.002	N.D.	N.D.
Yb	4.112	11.78	6.009	0.053	N.D.	0.041	N.D.	0.0001
Lu	8.683	21.98	12.115	0.100	0.023	0.001	N.D.	N.D.
Y	1.187	2.240	0.678	0.013	0.009	0.012	0.0006	0.0001

N.D. 表示未检出

ICP-MS 法分析二号粉底的加标回收实验结果

元素	测定值	加标量	加标后测定值	回收率
La	11.8	10	21.7	99 %
Ce	22.0	10	32.1	101 %
Pr	24.1	10	34.5	105 %
Nd	9.01	10	19.6	106 %
Sm	1.86	10	12.4	105 %
Eu	5.99	10	16.3	103 %
Gd	1.79	10	12.4	106 %
Tb	0.14	10	10.9	107 %
Dy	0.53	10	11.2	106 %
Ho	0.07	10	10.8	107 %
Er	0.02	10	10.7	107 %
Tm	0.02	10	10.6	106 %
Yb	11.8	10	22.3	105 %
Lu	22.0	10	32.7	107 %
Y	2.24	10	12.4	102 %

结论

有些稀土元素的测定受到共存离子或前处理试剂等多原子离子的干扰, 而本实验同时测定 15 种元素, 仅使用碰撞反应池的单一氦气模式就可将这些干扰彻底消除, 在保证测定结果准确的同时, 实验更高效, 操作更简便。

从实验数据可见: 市售的不同种类、不同品牌的化妆品中稀土元素的含量差异较大。

色谱柱和样品前处理

化妆品的配方和组成具有多样性，构成原料多达 3000 种，其基础原料有油脂、蜡质、溶剂、粉质等，配合原料又有色素、防腐剂、香料等多种功能性成分，属于较为复杂的一类基质，而目前多数分析方法中仍然使用简单的溶剂提取作为样品前处理手段，造成仪器和色谱柱寿命短、故障频发。随着检测项目的不断补充、检测要求的日益提高，现有的常规检测方法已无法满足分析需求。高分离高通量的分析方法以及简单有效的样品前处理技术越来越得到实验人员的关注。



色谱柱

安捷伦拥有数十年开发、生产和改进色谱柱的经验，我们提供各种色谱柱以便满足您的需要：

- Poroshell 色谱柱采用表面多孔层填料，提供 2.7 μm 和 4 μm 两种规格，可在主流液相色谱仪压力范围内提供稳定的高分离度。12 种键合相使方法开发和转移更加简单灵活。
- ZORBAX、Pursuit 等液相分析柱，AdvanceBio 生物柱和快速纯化柱，满足液相色谱分析过程中的不同应用需求
- GPC/SEC 色谱柱和标准品，包括 Plgel 柱、PL aquagel-OH 柱、专用柱和 EasiVial 标准品
- 安捷伦 J&W 气相色谱柱，包括 Ultra Inert 柱、PLOT 柱、Select 柱和 LTM 柱

如需了解更多，请访问：

www.agilent.com/chem/columnchoices



样品前处理：使用更少的重复样品，获得可靠而精确的分析结果

安捷伦能为涵盖 GC、GC/MS、LC、LC/MS 等各类型仪器的全方位分析提供完整的样品前处理：

- 全新 EMR-Lipids 吸附剂可有效去除化妆品基质中的脂质干扰
- 萃取解决方案适用于最广泛的分析物和样品基质
- 在当今市场上，所提供的吸附剂种类和规格最广
- 提供 SLE、沉淀/过滤、SPE 和 QuEChERS 的全部产品线

如需了解更多信息，请访问

www.agilent.com/chem/sampleprep

应用实例 — 化妆品中 41 种糖皮质激素类药物的测定

引言

糖皮质激素 (glucocorticoids) 是一类甾体激素。目前, 这类本该严禁使用的药物正被违法滥用于化妆品中, 作为细嫩美白肌肤的功效成分, 其会破坏人体激素平衡, 导致多种疾病发生。本研究针对化妆品中可能使用的 41 种激素品种进行多成分同时测定, 满足对这类宽范围、多组分、复杂基质样品高通量检测的需求。

化合物基本信息

糖皮质激素基本信息

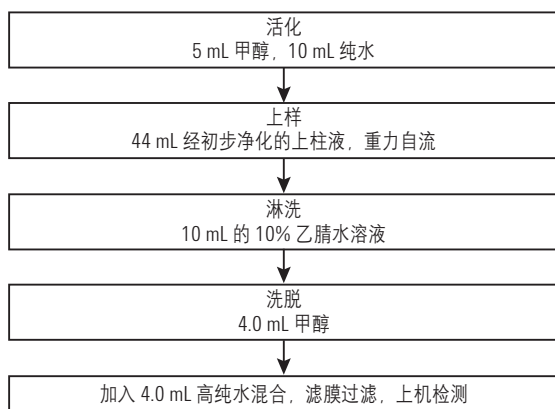
化合物中文名	英文名	CAS
曲安西龙	Triamcinolone	124-94-7
泼尼松龙	Prednisolone	50-24-8
氢化可的松	Hydrocortisone	50-23-7
泼尼松	Prednisone	53-03-2
可的松	Cortisone	53-06-5
甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	83-43-2
倍他米松	Betamethasone	378-44-9
地塞米松	Dexamethasone	50-02-2
氟米松	Flumethasone	2135-17-3
倍氯米松	Beclomethasone	4419-39-0
曲安奈德	Triamcinolone acetonide	76-25-5
氟氢缩松	Fludrocortide	1524-88-5
曲安西龙双醋酸酯	Triamcinolone diacetate	67-78-7
泼尼松龙醋酸酯	Prednisolone 21-acetate	52-21-1
氟米龙	Fluoromethalone	426-13-1
氢化可的松醋酸酯	Hydrocortisone 21-acetate	50-03-3
地夫可特	Deflazacort	14484-47-0
氟氢可的松醋酸酯	Fludrocortisone 21-acetate	513-36-3
泼尼松醋酸酯	Prednisone 21-acetate	125-10-0
可的松醋酸酯	Cortisone 21-acetate	50-04-4
甲基泼尼松龙醋酸酯	Methylprednisolone 21-acetate	53-36-1
倍他米松醋酸酯	Betamethasone 21-acetate	987-24-6

布地奈德	Budesonide	51372-29-3
氢化可的松丁酸酯	Hydrocortisone 17-butyrate	13609-67-1
地塞米松醋酸酯	Dexamethasone 21-acetate	1177-87-3
氟米龙醋酸酯	Fluoromethalone 17-acetate	3801-06-7
氢化可的松戊酸酯	Hydrocortisone 17-valerate	57524-89-7
曲安奈德醋酸酯	Triamcinolone acetonide acetate	3870-07-3
氟轻松醋酸酯	Fluocinolone acetonide	67-73-2
二氟拉松双醋酸酯	Diflorasone diacetate	33564-31-7
倍他米松戊酸酯	Betamethasone 17-valerate	2152-44-5
泼尼卡酯	Prednicarbate	73771-04-7
哈西奈德	Halcinonide	3093-35-4
阿氯米松双丙酸酯	Alclomethasone dipropionate	66734-13-2
安西奈德	Amcinonide	51022-69-6
氯倍他索丙酸酯	Clobetasol 17-propionate	25122-46-7
氟替卡松丙酸酯	Fluticasone propionate	80474-14-2
莫米他松糠酸酯	Mometasone furoate	83919-23-7
倍他米松双丙酸酯	Betamethasone dipropionate	5593-20-4
倍氯米松双丙酸酯	Beclomethasone dipropionate	5534-09-8
氯倍他松丁酸酯	Colbetasone 17-butyrate	25122-57-0

实验部分

样品前处理

称取 0.2 g 样品，加入 3 mL 饱和食盐水和 2 mL 乙腈（2 次）涡旋提取目标物。合并二次提取的 4 mL 乙腈，加入 40 mL 水、0.2 mL 亚铁氰化钾、0.2 mL 醋酸锌，混匀后 5000 rpm 离心 10 min。上清液倒入 Bond Elut Plexa 聚合物小柱 60 mg/3 mL（上接 50 mL 磨口漏斗），按固相萃取净化过程获得液质上机液。



固相萃取净化操作流程图

色谱和质谱条件

仪器：Agilent 1260 Infinity 液相色谱/6410 三重四极杆液质联用系统

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18, 2.1 × 50 mm, 1.8 μm, 部件号 827700-902

进样量：2 μL

流动相：A) 含 0.1% 乙酸的水溶液
B) 含 0.1% 乙酸的乙腈溶液

梯度洗脱：时间/min	%B
0	32
3.0	32
12.0	75
14.0	75
14.1	32

流速：0.3 mL/min

柱温：30 °C

分离时间：16 min

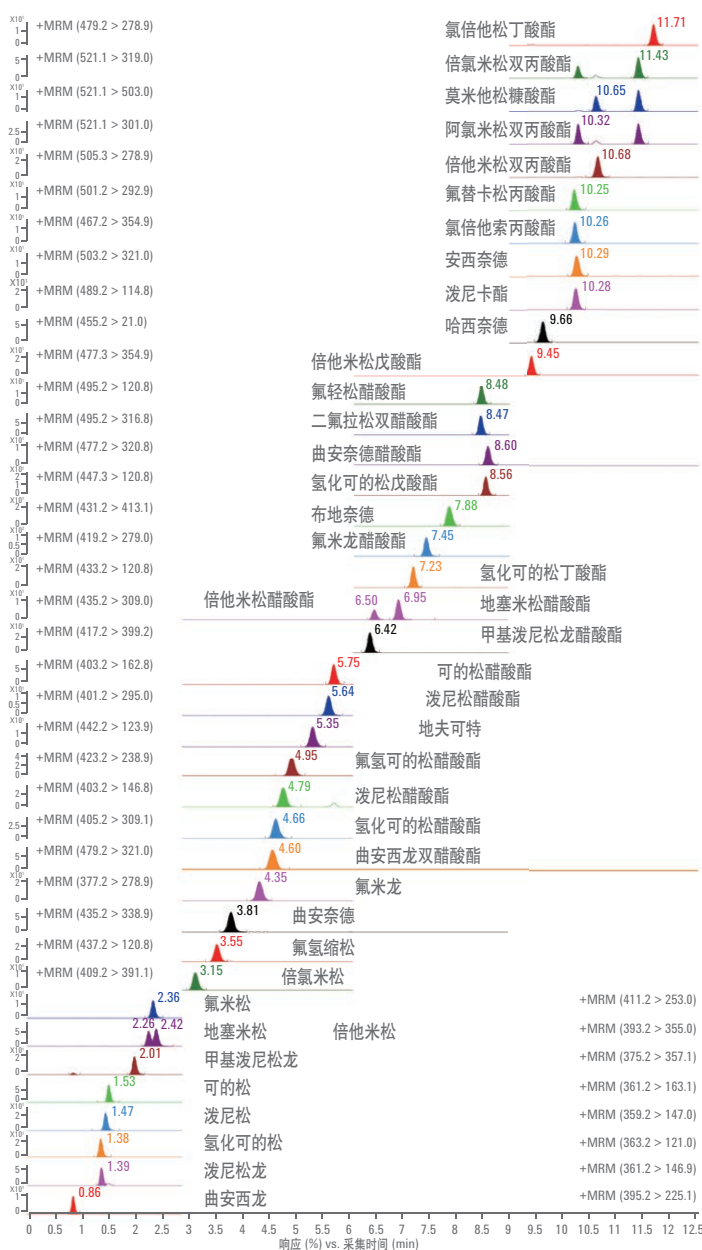
离子源：ESI

干燥气流量：5 L/min

干燥气温度：350 °C

雾化器压力：38 psi

实验结果



化妆品中 41 种糖皮质激素类药物的色谱图

化妆品中 41 种糖皮质激素类药物的回收率和精密度

序号	激素名称	回收率/%	RSD% (n=6)
1	曲安西龙	85	5
2	泼尼松龙	98	6
3	氢化可的松	89	8
4	泼尼松	100	1
5	可的松	93	7
6	甲基泼尼松龙	99	8
7	倍他米松	98	3
8	地塞米松	97	3
9	氟米松	105	3
10	倍氯米松	108	5
11	曲安奈德	88	7
12	氟氢缩松	87	10
13	曲安西龙双醋酸酯	100	3
14	泼尼松龙醋酸酯	96	3
15	氟米龙	90	6
16	氢化可的松醋酸酯	88	13
17	地夫可特	98	10
18	氟氢可的松醋酸酯	87	13
19	泼尼松醋酸酯	92	9
20	可的松醋酸酯	95	10
21	甲基泼尼松龙醋酸酯	110	5
22	倍他米松醋酸酯	86	12
23	布地奈德	90	6
24	氢化可的松丁酸酯	96	9
25	地塞米松醋酸酯	85	6
26	氟米龙醋酸酯	91	6
27	氢化可的松戊酸酯	103	7
28	曲安奈德醋酸酯	97	11
29	氟轻松醋酸酯	80	15
30	二氟拉松双醋酸酯	95	7
31	倍他米松戊酸酯	89	12
32	泼尼卡酯	96	9
33	哈西奈德	85	8
34	阿氯米松双丙酸酯	106	8
35	安西奈德	90	12
36	氯倍他索丙酸酯	95	13
37	氟替卡松丙酸酯	104	9
38	莫米他松糠酸酯	99	5
39	倍他米松双丙酸酯	86	4
40	倍氯米松双丙酸酯	100	8
41	氯倍他松丁酸酯	93	10

结论

化妆品剂型多样、基质复杂，所涉及的 41 种糖皮质激素的药效从弱效、中效、强效到超强效，分子特征为 17 碳原子环戊烷并多氢菲母核上具有不同基团的修饰，差异较大。从化妆品中完整提取并纯化出数十种待测目标物，并进一步建立多组分色谱分离、质谱测定仍有很多困难。因此，好的样品前处理方法非常关键。本文中使用的 Bond Elut Plexa 小柱，具有纯化效果好、回收率高、流速快的特点，可以很好的用在大批量样品检测中，可作为化妆品中 41 种糖皮质激素检测的参考方法。

更胜一筹的解决方案不仅局限于仪器本身 — AGILENT CROSSLAB

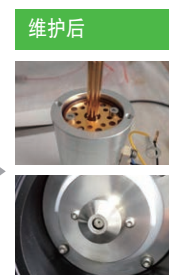
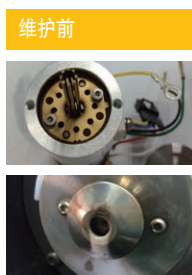
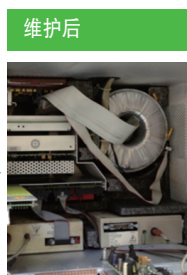
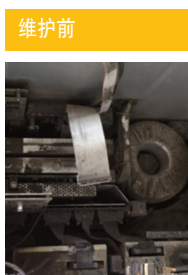
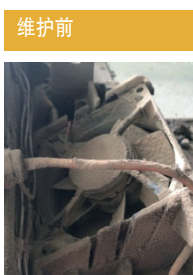
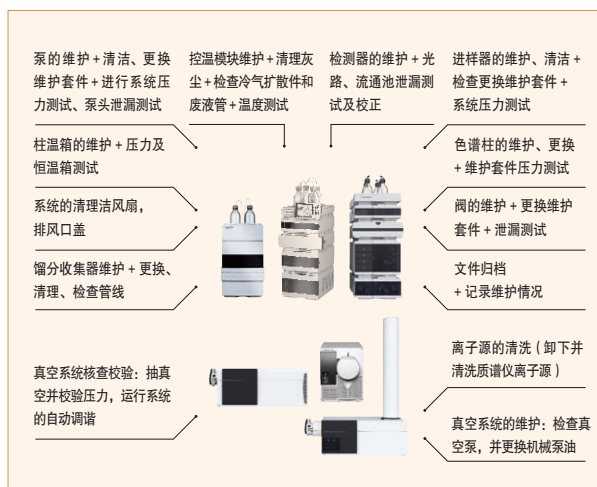
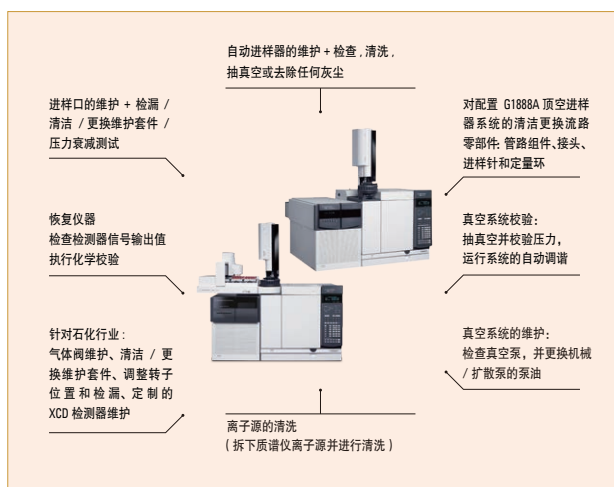
专业的预防性维护服务

为所有领先品牌的色谱、光谱和质谱提供维修、维护及认证服务!

根据安捷伦工厂的建议, 各类仪器使用半年到一年后, 需要做一次全面的维护保养和除尘清洁, 保持仪器的高灵敏度、可靠性、高通量和高工作效率, 以维持仪器的最佳性能。

我们经验丰富的工程师在维护您仪器的过程中会检查仪器的运行状态, 给您提供专业化的建议, 最大程度地使您避免意外故障。我们这项服务不但可以大量节省您订购维护包的时间, 而且我们全方位的服务比单独订购更为方便, 可以节约您的运行成本。

以下为针对气相色谱、液相色谱、气质联用、液质联用系统的维护服务项目:

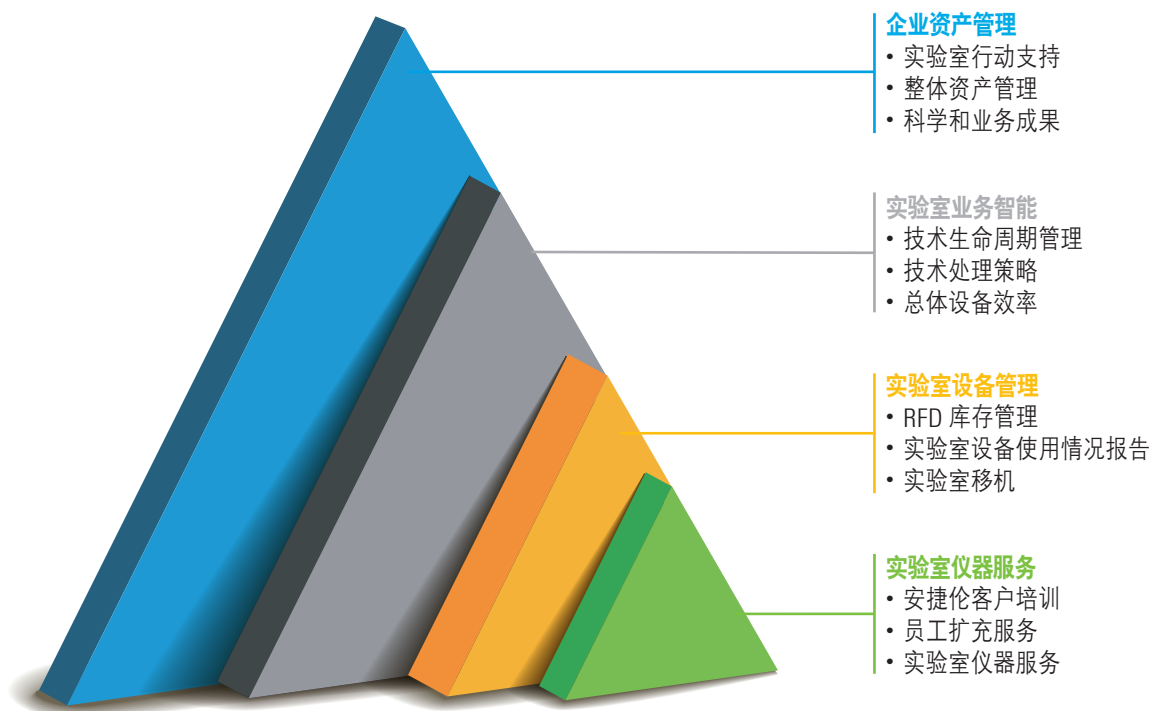


CrossLab 服务不止于此，全方位服务与支持助力客户实现卓越的科学、运营和经济成果！

洞察敏锐 成就超群

从多厂商仪器维修到企业资产管理，安捷伦科技提供一整套的服务支持方案。

我们是创新实验室服务、软件和消耗品领域的世界领导品牌，于全球及本地专家团队可针对不同层级的实验室环境提供卓越可靠的行业见解，助力客户实现更高效的经济、运营与科学成果。



了解有关 CrossLab 服务更多信息，请访问 www.agilent.com/crosslab

安捷伦科技关于“化妆品中禁限用物质检测解决方案”一览

液相色谱部分

1. 化妆品中水杨酸的检测
2. 化妆品中苯甲酸的检测
3. 化妆品中甲醛的检测
4. 化妆品中奎宁的检测
5. 化妆品中苯并[a]芘的检测
6. 化妆品中过氧化氢的检测
7. 化妆品中巯基乙酸的检测
8. 化妆品中 6-甲基香豆素的检测
9. 化妆品中苯氧异丙醇的检测
10. 化妆品中羟基喹啉的检测
11. 化妆品中咪唑烷基脲的检测
12. 化妆品中双羟甲基咪唑烷基脲的检测
13. 化妆品中苯扎氯铵及苄索氯铵的测定
14. 化妆品中颜料橙等 5 种禁用着色剂的检测
15. 化妆品中呋喃香豆素类、欧前胡内酯、三氯卡班、苯甲醇及二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的检测
16. 化妆品中邻苯二甲酸酯类化合物的检测

液质联用部分

1. 化妆品中丙烯酰胺单体的测定
2. 化妆品中 4-氨基联苯的检测
3. 化妆品中二乙醇亚硝胺的检测
4. 化妆品中去屑剂氯咪巴唑和酮康唑的检测
5. 化妆品中甲硝唑、氯霉素、林可霉素及克林霉素的检测
6. 化妆品中 5 种雌激素的检测
7. 化妆品中 29 种禁限用染料成分的检测

气相色谱、气质联用部分

1. 化妆品中 6-甲基香豆素的测定
2. 化妆品中 1,3-二噁烷的测定
3. 化妆品中苯甲酸的测定
4. 化妆品中苯甲醇的测定
5. 化妆品中 4-氨基偶氮苯、联苯胺的测定
6. 化妆品中挥发性有机物的测定

原子光谱部分

1. 化妆品中铅、汞、砷和镉的测定
2. 化妆品中钕等 15 种稀土的测定



化妆品中禁用、限用物质分类及检测手段

名称	方法类别	2015 法规色谱柱	2015 法规流动相及洗脱方式
4-氨基偶氮苯和联苯胺	GC/MS	DB-35 ms, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm	He
4-氨基联苯及盐	LC/MS	C18, 2.1 × 100 mm, 1.7 μm	含 0.3% 甲酸的水溶液:乙腈 = 75:25
8-甲氧补骨脂素等 4 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:水, 梯度洗脱
α-氯甲苯	"GC-FID GC/MS (阳性确认)"	"DB-1701P, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm VF-1701 ms, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm"	N ₂
氨基己酸	"LC-UV LC/MS (阳性确认)"	"C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm C18, 2.0 × 35 mm, 3 μm"	"甲醇:磷酸二氢铵水溶液 (pH = 3.0) = 2:98 甲醇:含 0.1% 甲酸的水溶液 = 10:90"
斑蝥素	GC-FID	DB-5, 30 m × 0.25 mm	N ₂ /H ₂ /空气
苯并[a]苊	"LC-FLD GC/MS (阳性确认)"	"C18, 3.9 × 150 mm, 5 μm HP-5 ms, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm"	甲醇:水 = 90:10, 等度洗脱
丙烯酰胺	LC/MS	Waters Atlantis T3, 2.1 × 100 mm, 3.5 μm	甲醇:含 0.1% 甲酸的水溶液 = 1.5:98.5, 等度洗脱
补骨脂素等 4 种	LC/UV	C18, 4.6 × 100 mm, 5 μm	甲醇:含 0.1% 乙酸的水溶液, 梯度洗脱
氮芥	GC-FID	DB-225, 0.25 mm × 30 m	N ₂ /H ₂ /空气
二噁烷	HS-GC/MS	"交联 5% 苯基甲基硅烷毛细管柱 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm"	He
环氧乙烷和 甲基环氧乙烷	"HS-GC-FID GC/MS (阳性确认)"	"6% 腈丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷涂层的 石英毛细管柱 30 m × 0.53 mm, 3.0 μm"	N ₂
甲醇	GC-FID	DB-WAXETR, 30 m × 0.32 mm, 1.0 μm	N ₂ /H ₂ /空气
马来酸二乙酯	"LC-UV LC/MS (阳性确认)"	"C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm C18, 2.1 × 150 mm, 3.5 μm"	乙腈:水 = 40:60, 等度洗脱
米诺地尔	"LC-UV LC/MS (阳性确认)"	"C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm C18, 未标注规格"	"检测方法:磺基丁二酸钠二辛酯溶液 阳性确认:甲醇:水 (70:30) (含 0.1% 乙酸、 0.02 mol/L 乙酸铵)"
氢醌和苯酚	"LC-UV GC/MS (阳性确认)"	"C18, 3.9 × 150 mm, 5 μm DB-1, 30 m × 0.25 mm"	甲醇:水 = 60:40, 等度洗脱
维甲酸和异维甲酸	"LC-UV LC/MS (阳性确认)"	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	"甲醇:含 2% 醋酸的水溶液 = 90:10, 等度洗脱 甲醇:水, 等度洗脱"

禁用组分

对照品	最低检出浓度	前处理方法	基质
4-氨基偶氮苯、联苯胺	0.5 mg/kg	800 mg 硅胶 + 1200 mg 中性氧化铝	液态水基类, 液态有机溶剂类, 膏霜乳液类, 粉类
4-氨基联苯、4-氨基联苯-D9	1.0 µg/kg	液液萃取 Plexa (沐浴类)	化妆水、面霜、粉底类, 洗面奶、 沐浴液类, 指甲油、口红类
8-甲氧基补骨脂素、5-甲氧基补骨脂素、欧前胡内酯、三甲沙林	0.1 µg/g	溶剂提取	膏霜乳液类, 液态类, 粉类
α-氯甲苯	2.7 µg/g	液液萃取	膏霜乳液类, 液态水基类
氨基己酸	125 µg/g	溶剂提取	膏霜乳液类, 粉类
斑蝥素	0.6 µg/g	液液萃取	毛发用化妆品
苯并[a]芘	0.5 µg/kg	溶剂提取	液态水基类, 液态油基类, 膏霜乳液类
丙烯酰胺、氘代丙烯酰胺	0.005 mg/kg (已确认, CFDA 公布的 最终版本)	溶剂提取	化妆品
补骨脂素、异补骨脂素、新补骨脂异黄酮、补骨脂二氢黄酮	0.6 µg/g	溶剂提取	膏霜乳液类, 液态类, 粉类
氮芥	0.3 µg/g	液液萃取	发用类化妆品
二噁烷	1 µg/g	样品、氯化钠、水加入 顶空瓶中, 密封后超声	膏霜乳液类
环氧乙烷、甲基环氧乙烷	0.025 µg/g 和 0.0125 µg/g	样品、氯化钠、水加入 顶空瓶中, 密封后超声	清洁类, 液态水基类 (以聚乙二醇、 聚丙二醇类为原料)
甲醇	25 mg/kg	直接法、蒸馏法、气-液 平衡法	化妆品
马来酸二乙酯	1.0 mg/kg	溶剂提取	膏霜乳液类, 液态油基类, 液态水基类
米诺地尔	10 µg/g	溶剂提取	毛发用液态水基类
氢醌、苯酚	7 µg/g 和 2 µg/g	溶剂提取	皮肤用膏霜乳液类
维甲酸、异维甲酸	0.0005%	溶剂提取	膏霜乳液类, 液态水基类

名称	方法类别	2015 法规色谱柱	2015 法规流动相及洗脱方式
维生素 D2 和维生素 D3	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:乙腈 = 90:10, 等度洗脱
6-甲基香豆素	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:磷酸二氢钠水溶液 (pH 3.5), 梯度洗脱
6-甲基香豆素	"GC-FID GC/MS (阳性确认)"	"HP-5, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm HP-5 ms, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm"	N ₂
酸性黄 36 等 5 种	"LC-UV LC/MS (阳性确认)"	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	乙腈:含 10 mmol/L 四丁基氢氧化胺和 10 mmol/L 柠檬酸的水溶液 (氨水调节 pH = 8.2), 梯度洗脱
地氯雷他定等 15 种组分	LC/MS	C18, 3.0 × 150 mm, 3 μm	甲酸铵-甲醇水溶液:甲醇, 梯度洗脱
二甘醇	GC-FID	聚乙二醇, 30 m × 0.32 mm, 0.5 μm	N ₂ /H ₂ /空气
普鲁卡因胺等 7 种组分	"LC-DAD LC/MS (阳性确认)"	"C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm C18, 2.1 × 150 mm, 5 μm"	"0.01 mol/L 磷酸氢二钠溶液 (pH 7.0):甲醇, 梯度洗脱 甲醇:水=90:10"
邻苯二甲酸二甲酯等 10 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:水, 梯度洗脱
邻苯二甲酸二丁酯等 8 种	GC/MS	DB35-ms, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	He
禁用组分 (续)			
乙醇等 37 种	GC/MS	"极性柱:VF-1301 ms, 30m × 0.25 mm, 1 μm 弱极性柱:DB-5 ms, 30 m × 0.25 mm, 1 μm"	
米诺地尔等 7 种	LC/MS	C18, 2.1 × 150 mm, 3.5 μm	0.2% 甲酸水溶液:0.2% 甲酸甲醇溶液, 梯度洗脱
氟康唑等 9 种	LC/MS	C8, 2.1 × 100 mm, 3.5 μm	含 0.1% 乙酸的水溶液:含 0.1% 乙酸的乙腈溶液, 梯度洗脱
盐酸美满霉素等 7 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	含 0.01 mol/L 草酸的水溶液 (磷酸调节 pH = 2.0): 甲醇:乙腈 = 67:11:22, 等度洗脱
依诺沙星等 10 种	LC/MS	C18, 2.1 × 100 mm, 3.5 μm	0.2% 甲酸:乙腈 (含 0.2% 甲酸), 梯度洗脱
二氯甲烷等 15 种物质	HS-GC-FID	DB-1, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm	He
雌二醇等 7 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:水=60:40, 等度洗脱
雌二醇等 7 种	LC-FLD	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:水=80:20, 等度洗脱
雌二醇等 7 种	GC/MS	DB-5 ms, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	He

对照品	最低检出浓度	前处理方法	基质
维生素 D2、D3	2.6 µg/g 和 1.3 µg/g	溶剂提取	化妆品
6-甲基香豆素	0.000005%	溶剂提取	液态水基类, 膏霜乳液类, 粉类
6-甲基香豆素	0.00013%	溶剂提取, 无水硫酸钠脱水	液态水基类, 膏霜乳液类, 粉类
酸性黄 36 (CI 13065)、颜料橙 5 (CI 12075)、颜料红 53:1 (CI 15585:1)、苏丹红 II (CI 12140)、苏丹红 IV (CI 26105)	3 µg/g	溶剂提取	唇膏, 散粉, 指甲油
地氯雷他定、氯苯那敏、阿司咪唑、曲吡那敏、溴苯那敏、苯海拉明、异丙嗪、羟嗪、奋乃静、西替利嗪、氟奋乃静、氯丙嗪、氯雷他定、特非那定、赛庚啶	250ng/g	溶剂提取	液态水基类, 膏霜乳液类, 喱
二甘醇	0.003%	溶剂提取	原料丙二醇
普鲁卡因胺、氯普鲁卡因、丁卡因、利多卡因、普鲁卡因、苯佐卡因、辛可卡因	32 µg/g	PCX 小柱	肤用单元中液态水基类、液态油基类、膏霜乳液类、凝胶类等
邻苯二甲酸二甲酯 (DMP)、邻苯二甲酸二乙酯 (DEP)、邻苯二甲酸二正丙酯 (DPP)、邻苯二甲酸二正丁酯 (DBP)、邻苯二甲酸二正戊酯 (DAP)、邻苯二甲酸二正己酯 (DHP)、邻苯二甲酸丁基苄酯 (BBP)、邻苯二甲酸二环己酯 (DCHP)、邻苯二甲酸二正辛酯 (DOP) 和邻苯二甲酸二异辛酯 (DEHP)	1 µg/g	溶剂提取	化妆品
邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)、邻苯二甲酸二正戊酯 (DnPP)、邻苯二甲酸二异戊酯 (DIPP)、邻苯二甲酸戊基异戊酯 (DniPP)、邻苯二甲酸二 (2-甲氧乙基) 酯 (DMEP)、邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)、邻苯二甲酸二 (2-乙基己基) 酯 (DEHP) 以及 1,2-苯基二羧酸支链和直链二戊基酯 (DniPP, DnPP, DIPP)	1mg/kg	硅胶-中性氧化铝混合填充的 SPE 小柱	化妆品
乙醇、乙醚、丙酮、甲酸乙酯、异丙醇、乙腈、乙酸甲酯、二氯甲烷、甲基叔丁基醚、正丙醇、2-丁酮、乙酸乙酯、四氢呋喃、仲丁醇、氯仿、环己烷、四氯化碳、苯、1,2-二氯乙烷、异丁醇、乙酸异丙酯、三氯乙烯、正丁醇、二氧六环、乙酸丙酯、4-甲基-2-戊酮、甲苯、异戊醇、乙酸异丁酯、四氯乙烯、正戊醇、乙酸丁酯、乙基苯、对二甲苯、间二甲苯、乙酸异戊酯、邻二甲苯	见方法	顶空	化妆品
米诺地尔、氢化可的松、螺内酯、雌酮、坎利酮、醋酸曲安奈德、黄体酮	2 ng/g	溶剂提取	化妆品
灰黄霉素、酮康唑、克霉唑、益康唑、咪康唑、氟康唑、联苯苄唑、环吡酮胺、萘替芬	0.02 µg/g	“溶剂提取 (除环吡酮胺外的 8 种禁用组分) 衍生 (用于环吡酮胺)”	化妆品
盐酸美满霉素、二水士霉素、盐酸四环素、盐酸金霉素、盐酸多西环素、氯霉素、甲硝唑	1 µg/g	溶剂提取	化妆品
依诺沙星、氟罗沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、双氟沙星、莫西沙星	0.05 µg/g	溶剂提取	化妆品
二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烯、三氯甲烷、1,2-二氯乙烷、苯、三氯乙烯、甲苯、四氯乙烯、乙苯、间、对-二甲苯、苯乙烯、邻二甲苯、异丙苯	0.09 µg/g	顶空	化妆品
雌三醇、雌酮、己烯雌酚、雌二醇、睾酮、甲基睾酮和黄体酮	4 µg/g	液液萃取	化妆品
雌三醇、雌酮、己烯雌酚、雌二醇、睾酮、甲基睾酮和黄体酮	4 µg/g	液液萃取	化妆品
雌三醇、雌酮、己烯雌酚、雌二醇、睾酮、甲基睾酮和黄体酮 (孕酮)	/	C18 SPE 柱, 七氟丁酸酐衍生	化妆品

名称	方法类别	2015 法规色谱柱	2015 法规流动相及洗脱方式
α -羟基酸	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 10 μ m	含 0.1 mol/L 磷酸二氢铵的水溶液 (pH = 2.45)
α -羟基酸	GC-FID	CP-Sil 8 CB, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μ m	N ₂ /H ₂ /空气
过氧化氢	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	乙腈:水 = 60:40, 等度洗脱
间苯二酚	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:水 = 20:80, 等度洗脱
奎宁	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:含 0.01 mol/L (NH ₄) ₂ HPO ₄ 的水溶液 = 90:10, 等度洗脱
限用组分 羟基喹啉	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:含 0.01 mol/L 癸烷磺酸钠的水溶液 (pH = 2.25) = 60:40
巯基乙酸	LC-UV	耐酸性 C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	乙腈:含 0.01 mol/L KH ₂ PO ₄ 的水溶液 (磷酸调节 pH = 2.5), 梯度洗脱
水杨酸	LC-UV	耐酸性 C8, 4.6 × 250, 5 μ m	“流动相 A: 磷酸溶液 (11.5 g 磷酸, 加水 950 mL, 氨水调 pH2.3-2.5) 200 mL + 水至 1 L; 流动相 B: 磷酸溶液 (pH2.3-2.5) 250 mL + 甲醇至 1 L, 梯度洗脱”
酮麝香	LC-UV	C18, 4.6 × 250, 5 μ m	乙腈:水 = 80:20, 等度洗脱
苯甲醇	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:水, 梯度洗脱
苯甲醇	“GC-FID GC/MS (阳性确认)”	HP-FFAP, 30m × 0.25mm × 0.25 μ m	N ₂ /H ₂ /空气
苯甲酸及其钠盐	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	“甲醇:含 0.02 mol/L 磷酸二氢钠的缓冲液 (磷酸调节 pH = 2.2), 梯度洗脱”
苯甲酸及其钠盐	GC-FID	HP-FFAP, 30m × 0.25mm × 0.25 μ m	N ₂ /H ₂ /空气
苯氧异丙醇	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	水:乙腈:甲醇:THF = 60:25:10:5, 等度洗脱
苯扎氯铵	LC-UV	CN, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	含 0.1 mol/L 醋酸铵的缓冲溶液 (醋酸调节 pH = 5.0): 乙腈 = 30:70, 等度洗脱
防腐剂 苜蓿氯铵、劳拉氯铵和 西他氯铵	LC-UV	CN, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	含 0.1 mol/L 醋酸铵的缓冲溶液 (醋酸调节 pH = 5.0): 乙腈 = 25:75, 等度洗脱
甲醛	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:水 = 60:40, 等度洗脱
甲基氯异噻唑啉酮等 12 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 10 μ m	含 0.05 mol/L 磷酸二氢钠的水溶液:甲醇:乙腈 = 50:35:15, 加氯化十六烷三甲胺至最终浓度为 0.002 mol/L, 并用磷酸 调节 pH = 3.5, 等度洗脱
氯苯甘醚	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:水 = 55:45, 等度洗脱
三氯卡班	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	甲醇:水 = 88:12, 等度洗脱
山梨酸和脱氢乙酸	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	乙腈:含 0.1% 甲酸的水溶液 = 25:75, 等度洗脱
水杨酸等 5 种物质	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μ m	乙腈:甲醇:10 mmol/L 磷酸二氢钾水溶液 (添加乙二胺四 乙酸二钠至 c (Na ₂ EDTA) = 0.5 mmol/L, 用磷酸调节 pH = 4.0) = 50:10:40, 等度洗脱

对照品	最低检出浓度	前处理方法	基质
酒石酸、乙醇酸、苹果酸、柠檬酸、乳酸	200 µg/g	溶剂提取	洗、护发类，肤用类
酒石酸、乙醇酸、苹果酸、柠檬酸、乳酸	/	溶剂提取，BSTFA 衍生	洗、护发类，肤用类
过氧化氢	60 µg/g	衍生	染发类，膏状面膜
间苯二酚	16 µg/g	溶剂提取	非染发类毛发用化妆品
奎宁	16.7 µg/g	溶剂提取	洗发类，驻留型护发类化妆品
羟基喹啉	2.5 µg/g	溶剂提取	毛发用化妆品
巯基乙酸	35.6 µg /g	溶剂提取	毛发用液态水基类，膏霜乳液类
水杨酸	15 µg/g	溶剂提取	皮肤用和洗发类化妆品
酮麝香	15 µg/g	溶剂提取	香水，膏霜乳液类
苯甲醇	0.0000005%	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类，粉类
苯甲醇	0.0012%	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类，粉类
苯甲酸	0.0001%	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类，粉类
苯甲酸	0.0025%	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类，粉类
苯氧异丙醇	5.0 µg/g	溶剂提取	淋洗类化妆品（包括液态水基类和膏霜乳液类）
十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基二甲基苄基氯化铵	130 mg/g	溶剂提取	洗发类或液态水基类，膏霜乳液类
苄索氯铵、劳拉氯铵、西他氯铵	8 µg/g	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类
甲醛	0.001%	衍生	化妆品
甲基氯异噻唑啉酮、2-溴-2-硝基丙烷-1,3-二醇、甲基异噻唑啉酮、苯甲醇、苯氧乙醇、4-羟基苯甲酸甲酯、苯甲酸、4-羟基苯甲酸乙酯、4-羟基苯甲酸异丙酯、4-羟基苯甲酸丙酯、4-羟基苯甲酸异丁酯、4-羟基苯甲酸丁酯	4 µg/g	溶剂提取	化妆品
氯苯甘醚	6 µg/g	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类，粉类
三氯卡班	4.5 µg/g	溶剂提取	液态水基类，膏霜乳液类，固体皂类
山梨酸，脱氢乙酸	0.006%	溶剂提取	膏霜乳液类，液态水基类，凝胶类
水杨酸、吡硫翁锌、酮康唑、氯咪巴唑、吡罗克酮乙醇胺盐	0.006%	溶剂提取	毛发用类化妆品

	名称	方法类别	2015 法规色谱柱	2015 法规流动相及洗脱方式
防晒剂	苯基苯并咪唑磺酸等 15 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:THF:高氯酸水溶液, 梯度洗脱
	二苯酮-2	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	乙腈:水, 梯度洗脱
	二乙氨基羟苯甲酰基苯甲 酸己酯	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:水 = 88:12, 等度洗脱
	二乙基己基丁酰胺基三 嗪酮	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:水 = 98:2, 等度洗脱
着色剂	亚苄基樟脑磺酸	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	含 20 mmol/L 醋酸铵的水溶液 (乙酸调节 pH = 5.1) : 乙腈 = 65:35, 等度洗脱
	碱性橙 31 等 7 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:含 0.02 mol/L 乙酸铵的水溶液 (pH = 4.0), 梯度洗脱
	着色剂 CI 59040 等 10 种	"LC-UV LC/MS (阳性确认)"	C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm	甲醇:含 0.02 mol/L 乙酸铵的水溶液 (pH = 4.0), 梯度洗脱
染发剂	对苯二胺等 8 种	LC-UV	C18, 4.6 × 250 mm, 10 μm	将三乙醇胺 10 mL 加至 980 mL 水中, 加入磷酸调节 pH = 7.7, 加水至 1 L, 取此溶液 950 mL 与乙腈 (3.5) 50 mL 混合组成含 5% 乙腈的磷酸缓冲溶液, 等度洗脱
	对苯二胺等 32 种	LC-UV	RP-AMIDE C16 柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm) 或等同柱	"流动相 I :乙腈:磷酸盐混合溶液 (pH = 6) = 10:90; 流动相 II :甲醇:磷酸盐混合溶液 (pH = 6) = 10:90; 流动相 III :乙腈:磷酸盐混合溶液 (pH = 6) = 40:60;"
其他	乙醇胺等 5 种	GC/MS (阳性确认)	DB-624, 60 m × 0.25 mm, 1.4 μm	He

对照品	最低检出浓度	前处理方法	基质
苯基苯并咪唑磺酸、二苯酮-3、二苯酮-4、二苯酮-5、对氨基苯甲酸、对甲氧基肉桂酸异戊酯、4-甲基苄基樟脑、PABA 乙基己酯、丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷、奥克林、甲氧基肉桂酸乙基己酯、水杨酸乙基己酯、胡莫柳酯、乙基己基三嗪酮、亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚、双-乙基己氧苯酚甲氧苯基三嗪	0.02%	溶剂提取	化妆品
二苯酮-2	0.03%	溶剂提取	液态水基类, 膏霜乳液类, 指甲油
二乙氧基羟苯甲酰基苯甲酸己酯	0.01%	溶剂提取	膏霜乳液类
二乙基己基丁酰胺基三嗪酮	0.006%	溶剂提取	膏霜、乳、液类
亚苄基樟脑磺酸	0.0001%	溶剂提取	膏霜乳液类
酸性紫 43 (CI 60730)、碱性紫 14 (CI 42510)、酸性橙 3 (CI 10385)、碱性黄 87、碱性蓝 26 (CI 44045)、碱性红 51、碱性橙 31	0.06 µg/g	溶剂提取	膏霜乳液类, 液态水基类
CI 16185、CI 16255、CI 16035、CI 14700、CI 45380、CI 15510、CI 59040、橙黄 I、CI 15985、CI 10316	0.06 µg/g	溶剂提取	粉类, 蜡基类, 液态油基类, 膏霜乳液类
苯二胺、氢醌、间氨基苯酚、邻苯二胺、对氨基苯酚、甲苯 2,5-二胺、间苯二酚、对甲氨基苯酚	150 µg/g	溶剂提取	染发类
对苯二胺、对氨基苯酚、甲苯-2,5-二胺硫酸盐、间氨基苯酚、邻苯二胺、2-氯对苯二胺硫酸盐、邻氨基苯酚、间苯二酚、2-硝基对苯二胺、甲苯-3,4-二胺、4-氨基-2-羟基甲苯、2-甲基间苯二酚、6-氨基间甲酚、苯基甲基吡唑啉酮、N,N-二乙基甲苯-2,5-二胺盐酸盐、4-氨基-3-硝基苯酚、间苯二胺、2,4-二氨基苯氧基乙醇盐酸盐、氢醌、4-氨基间甲酚、2-氨基-3-羟基吡啶、N,N-双(2-羟乙基)对苯二胺硫酸盐、对甲氨基苯酚硫酸盐、4-硝基邻苯二胺、2,6-二氨基吡啶、N,N-二乙基对苯二胺硫酸盐、6-羟基吡啶、4-氯间苯二酚、2,7-萘二酚、N-苯基对苯二胺、1,5-萘二酚和 1-萘酚	12 µg/g	溶剂提取	染发类
二甲胺、二乙胺、乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺	/	溶剂提取, 无水硫酸钠脱水	膏霜乳液类, 粉类

如需了解更多信息，请访问：

www.agilent.com

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

©安捷伦科技（中国）有限公司，2016

2016年06月01日出版

5991-6987CHCN



Agilent Technologies