

GCMS法测定日化品中二甲苯麝香

No.GCMS-034

摘要： 本文使用GCMS法对日化品中的二甲苯麝香进行了检测。样品经溶剂超声萃取、SPE净化后进样。校准曲线相关系数为0.9997，连续6针进样(0.5 μg/L)，峰面积RSD为1.49%。样品添加回收率在90~110%之间。

关键词： GCMS 日化品 二甲苯麝香

二甲苯麝香 (Musk xylene)，化学名为5-叔丁基-2,4,6-三硝基间二甲苯，是具有类似麝香气味的人工合成的硝基化合物。由于其优良的定香能力和低廉的价格，作为天然麝香的替代原料，被广泛应用于化妆品、洗涤用品、护肤品和香水等日化产品中。二甲苯麝香具有较大的生物富集因子，在环境中较为稳定，对人体有致癌性而逐渐被各国作为化妆品中的限用原料，对二甲苯麝香在各种日化品中的含量都规定了限值。

2008年10月欧盟化学品管理局 (ECHA) 公布了15种高关注度物质 (SVHC) 清单，二甲苯麝香不仅被列入其中，而且还是从15种SVHC中选出的第一批次的七种优先限制使用物质之一，必须经ECHA授权才能使用。

对于日化品中二甲苯麝香的检测，通常使用GC/ECD电子捕获检测器进行检测，也有使用GCMS进行检测。本文使用超声萃取、SPE净化后，使用GCMS进行定量检测。

实验部分

1、样品前处理

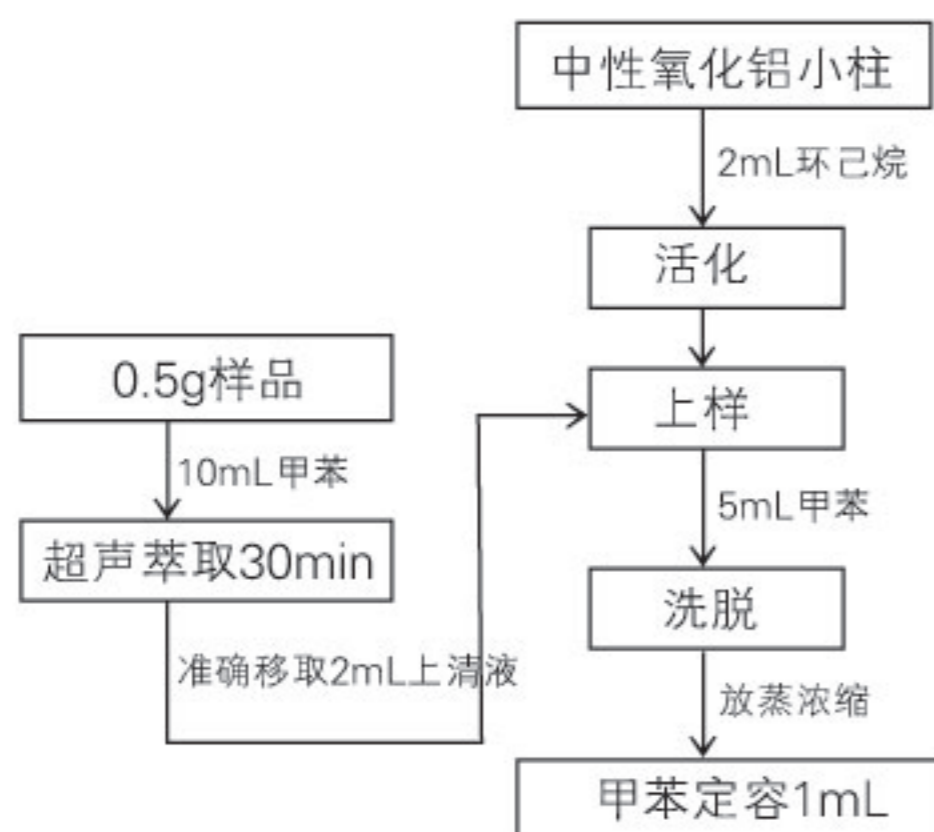


图1 样品前处理流程图

2、仪器

岛津GCMS-QP2010 Plus.

3、分析条件

进样口：250℃

柱温：80℃ (1min) -20℃/min-150℃ (0min)
-10℃/min-250℃ (5min)

进样方式：不分流 (1min)

色谱柱：Rtx-5Sil ms (30m × 0.25mm × 0.25um)

柱流量：1.5 ml/min

离子源：200℃

接口：280℃

采集方式：SIM

定量离子：282.10

定性离子：297.10

定量方法：外标法

分析结果

1、保留时间和峰形

配制1 $\mu\text{g/mL}$ 二甲苯麝香标准溶液，1 μL 进样，扫描采集得到TIC谱图如下图2所示。

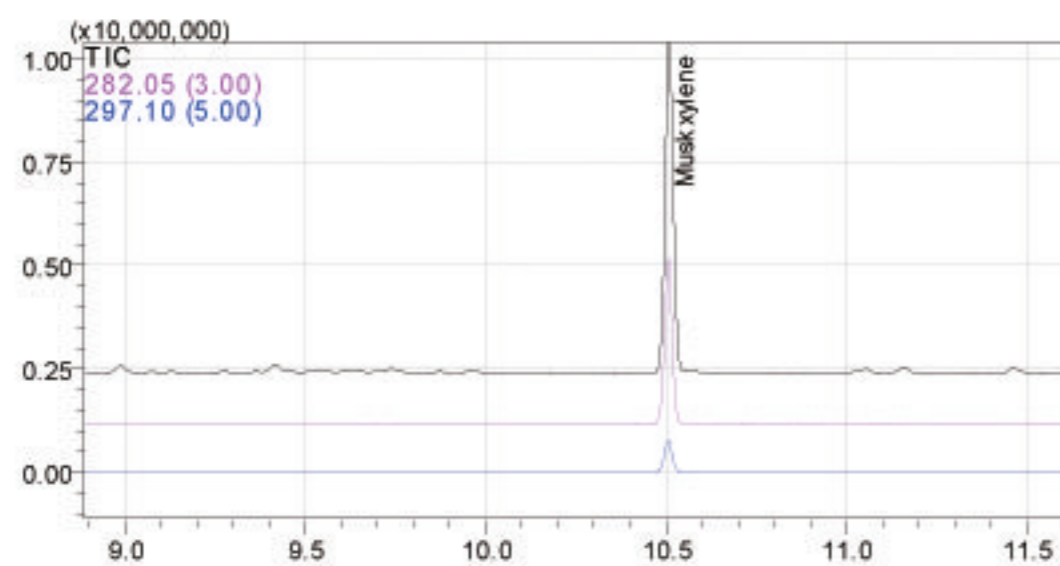


图2 二甲苯麝香TIC谱图

2、标准曲线

配制0.5、1.0、5.0和10 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液浓度系列，1 μL 进样，SIM采集，得到标准曲线如下图3所示，相关系数为0.9997。

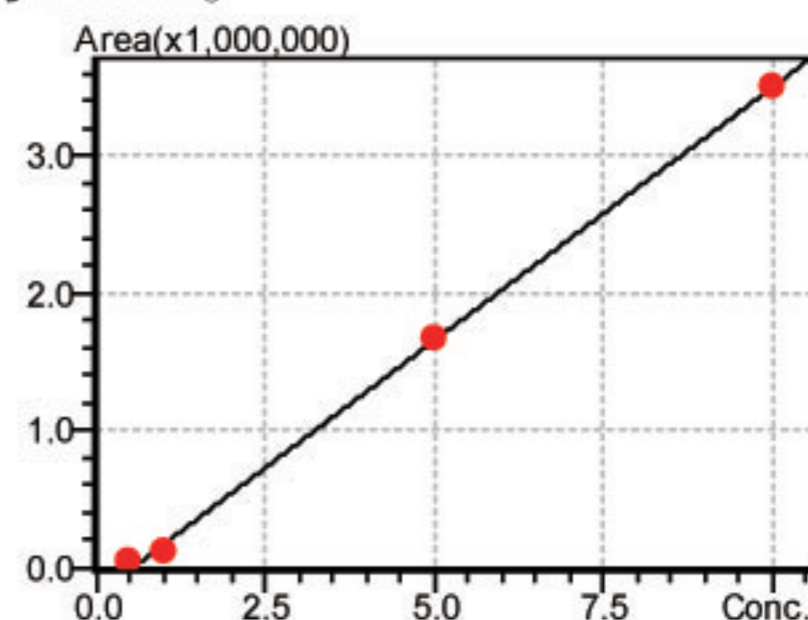


图3 二甲苯麝香校准曲线

3、精密度试验

0.5 $\mu\text{g/mL}$ 的标样溶液连续测定6次，考察仪器精密度。峰面积的RSD%为1.49%，结果如表1。

表1. 二甲苯麝香重现性数据

No.	峰面积
1	42878
2	43183
3	42657
4	43493
5	42021
6	41884
平均值	42686
RSD%	1.49

4、添加回收结果

将二甲苯麝香标准溶液分别添加于对市售某品牌香皂、洗头膏和花露水中，添加浓度为2 $\mu\text{g/mL}$ ，按上述1.1进行样品前处理，考察方法回收率，得到回收率结果如下表2所示。

表2 添加回收结果

日化品名称	空白值 $\mu\text{g/mL}$	测定值 $\mu\text{g/mL}$	回收率 %
香皂	-	2.10	105
洗头膏	-	1.93	96
花露水	1.88	4.01	106

进行回收率考察时，同时测定了上述三种样品的空白值，发现在花露水样品中含有二甲苯麝香，浓度为1.88 $\mu\text{g/mL}$ ，换算到样品中的浓度为18.8mg/kg。下图4为花露水样品的TIC图和特征质量色谱图。

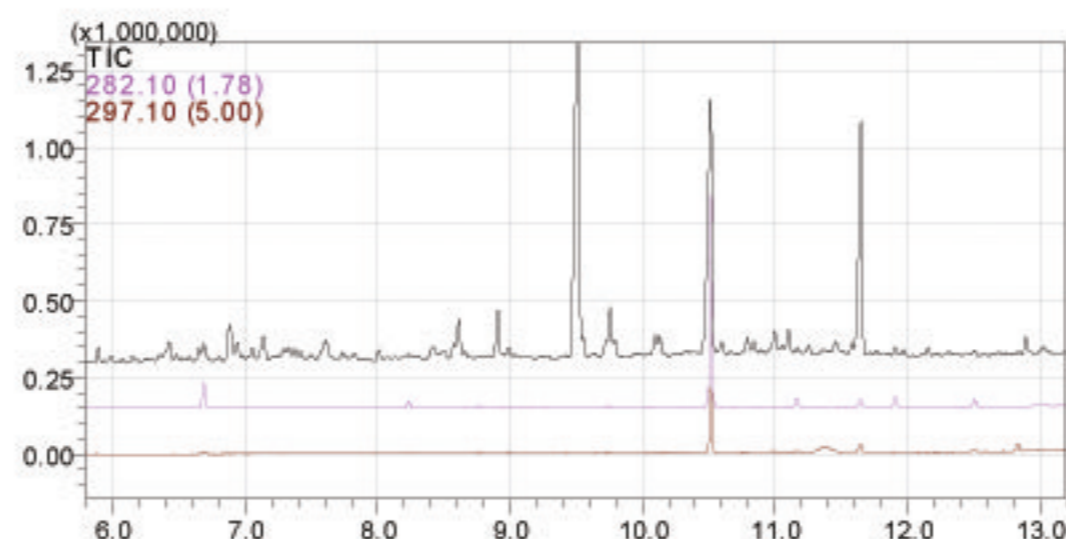


图4 花露水样品谱图

结论

本方法使用甲苯溶剂对日化品进行超声萃取，再经中性氧化铝小柱净化后用GCMS检测二甲苯麝香含量，样品处理简单、快速，方法回收率在90~110%之间。在0.5~10 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数为0.9997。方法重现性良好，连续6次测定峰面积RSD为1.49%。本方法可以有效检测日化品中二甲苯麝香的含量。

<http://shimadzu.com.cn>