

# 多维气质联用仪测定化妆品中 甲醇含量

No.GCMS-045

**摘要：** 本文采用多维气质联用仪（MDGCMS）系统对化妆品尤其是指甲油中甲醇进行了测定，通过两根极性不同的毛细管柱串联，有效排除了低沸点组分对甲醇测定的干扰。

**关键词：** 多维气质联用仪 甲醇 指甲油

指甲油的成分主要有由两类组成，一类是固态成分，主要是色素、闪光物质等；另一类是液体的溶剂成分，主要使用的有丙酮、乙酸乙酯和甲醇等。甲醇对人体的伤害主要是由甲醇本身及其代谢产物甲醛和甲酸引起的，主要特征表现为中枢神经系统损伤、眼部损伤和代谢性酸中毒。由于甲醇对人体具有较强的毒性，被禁止添加于各类化妆品包括指甲油中。据报道，在今年1月国家质检总局公布的一批进境食品化妆品不合格名单中，共有84批次的不合格洋货在进入我国国门时被发现而拦截，其中包括国内消费者熟悉的法国“丝芙兰”、韩国“大长今”产品。据了解，丝芙兰(上海)化妆品销售有限公司从法国进口的5个色号的丝芙兰漆光指甲油，因甲醇超标被退货。

检验化妆品中甲醇含量通常采用气相色谱法。但由于化妆品成分复杂，低沸点组分较多，容易对甲醇测定造成干扰。本文采用MDGC-GCMS系统，通过两根极性不同的毛细管柱串联，对指甲油中甲醇进行了测定。

## 实验部分

### 1、仪器

岛津MDGCMS多维气质联用仪、MDGCsolution色谱工作站、AOC-5000自动进样器

### 2、分析条件

顶空条件：

平衡温度：80℃

平衡时间：30min

进样量：1mL

一维GC分析条件：

色谱柱Rtx-1 (0.25 mm i.d. × 30 m × 0.25 μm)

进样口温度：220℃

柱温：40℃(5 min) – 15℃/min – 200℃ ( 5 min )

恒压模式，柱压169 Kpa

分流模式，分流比50:1

FID温度：220℃，

切割气压力：100 kPa

二维GCMS分析条件：

色谱柱：Rtx-Wax (0.25 mm i.d. × 30 m × 0.25 μm)

柱温：40℃(1 min) – 15℃/min – 200℃ ( 1 min )

离子源温度：200℃

接口温度：220℃

扫描范围：29~300 amu

## 结果与讨论

### 1、甲醇出峰谱图

以20%乙醇水溶液为溶剂，配制0.2%甲醇标准溶液，取2g标准溶液于20mL顶空瓶中，经80℃，30min平衡后，1mL顶空气体进样，未切割时在FID得到的谱图如下图1所示，根据图1中甲醇的出峰时间设定合适的切割时间后，再次进样，并将甲醇切割到第二维的GCMS检测，得到TIC谱图如下图2所示。

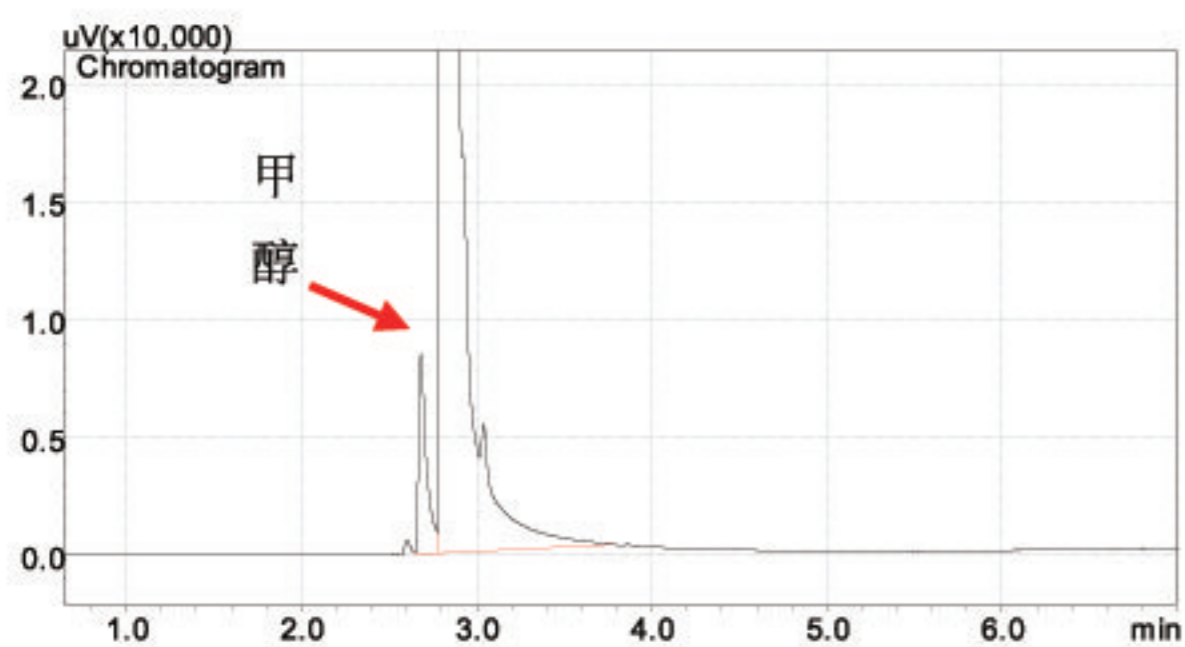


图1 0.2%甲醇标准溶液未切割GC色谱图

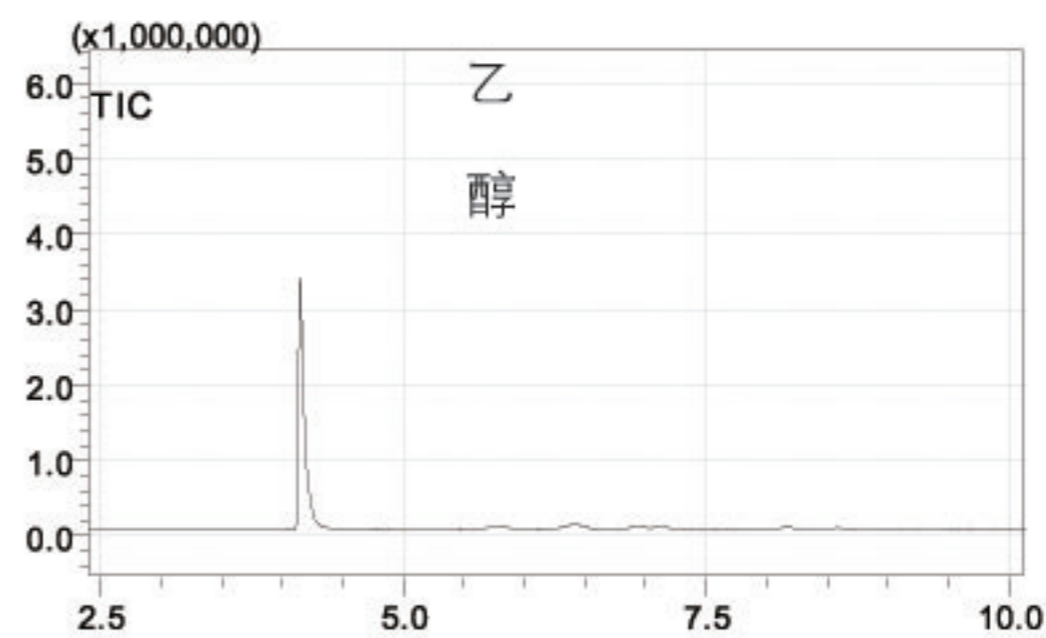


图2 第二维GCMS TIC图

## 2、标准曲线

配制0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 %标准溶液浓度系列, 按上述顶空条件进样, 得到甲醇标准曲线如下图3所示, 标准曲线相关系数为0.9997。

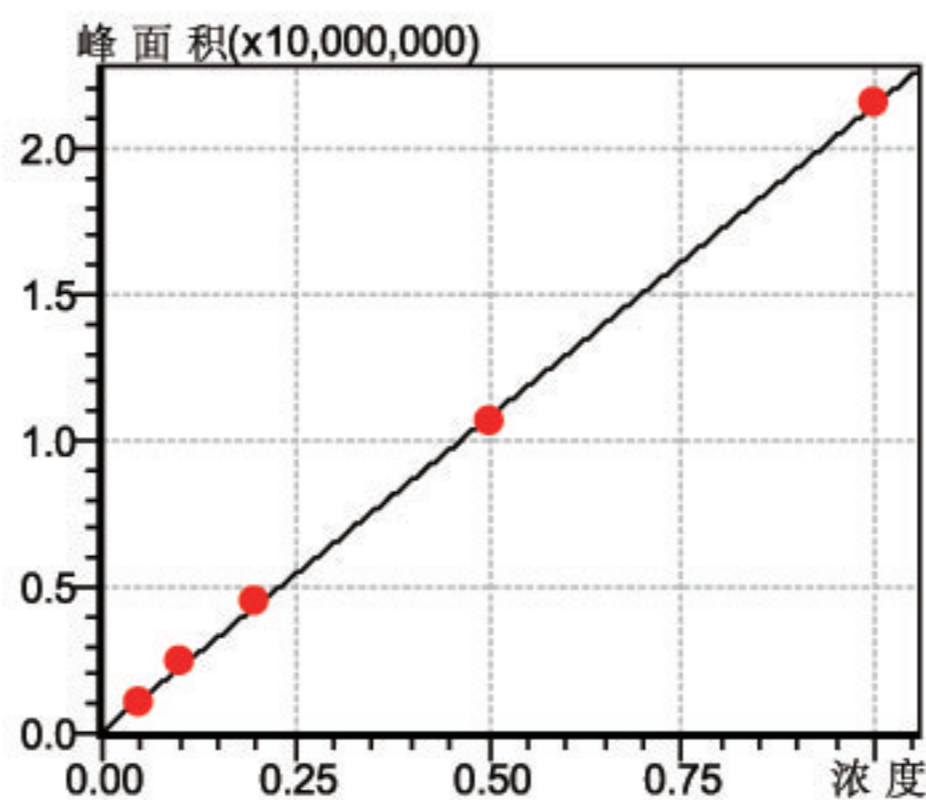


图3 甲醇标准曲线

## 3、精密度试验

0.2%的甲醇标样溶液和市售某品牌含甲醇指甲油样品各连续测定6次, 考察仪器精密度。甲醇保留时间和峰面积的RSD%如表1所示, 数据重现性良好。

表1 甲醇重现性数据

甲醇	0.2%标准溶液		指甲油		
	No.	R.T	面积	R.T	面积
	1	4.147	4506576	4.143	8183608
	2	4.150	4488546	4.147	8095504
	3	4.149	4503550	4.142	8152450
	4	4.150	4441594	4.142	8144286
	5	4.149	4503238	4.141	8165641
	6	4.151	4500252	4.145	8179024
	平均值	4.150	4487436	4.143	8147381
	RSD%	0.020	0.553	0.054	0.394

#### 4、市售某品牌含甲醇指甲油测试结果

取2g指甲油样品于20mL顶空瓶中，经顶空平衡后取1mL气体进样，得到第一维FID谱图和第二维GCMS谱图如下图4、图5所示。图4中黑色谱图为未经切割谱图，粉红色为甲醇切割后的谱图。

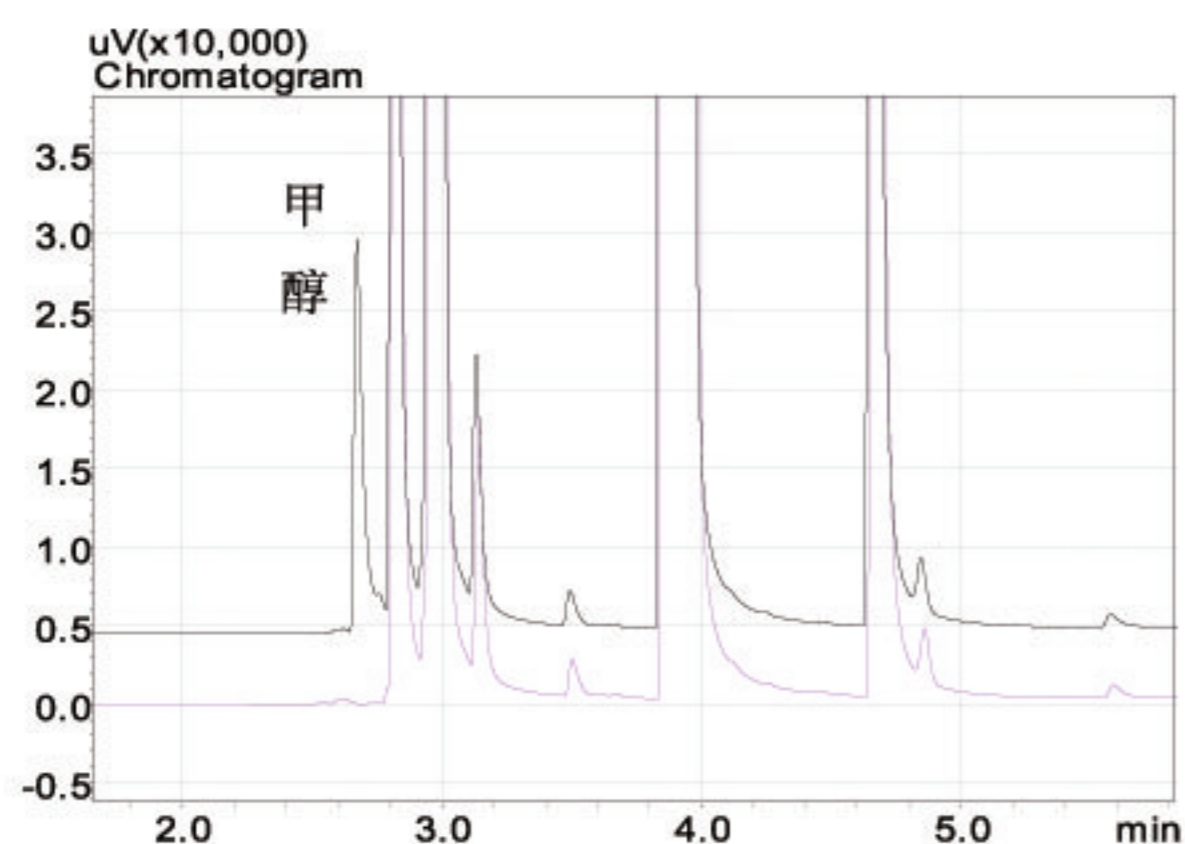


图4 第一维FID谱图

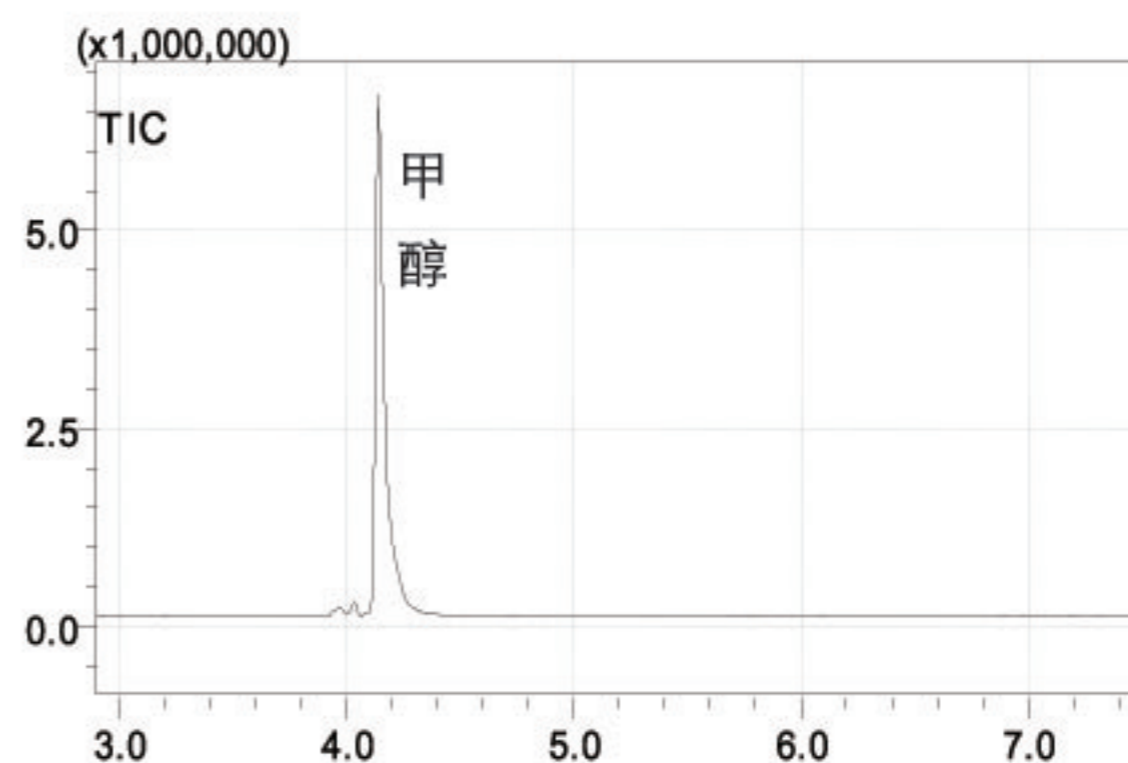


图5 第二维GCMS谱图

表2 三个不同品牌指甲油检测结果

样品	组分	保留时间	浓度	单位
1#	甲醇	4.143	0.38	%
2#	甲醇	-	N.D	%
3#	甲醇	-	N.D	%

#### ■ 结论

岛津多维气质联用仪MDGCMS系统通过两根不同极性的色谱柱串联，在应对复杂样品分析时能有效减少峰的重叠，提高分离能力，增强定性定量结果的可靠性。本文采用MDGCMS对指甲油中甲醇含量进行了测定，方法重现性良好，保留时间和峰面积RSD分别小于0.1%和1%。在标准曲线浓度范围内线性关系良好，相关系数 $r$ 为0.9997。