

GCMS法测定化妆品中的邻苯二甲酸酯

GCMS-064

摘要： 本文以甲醇为溶剂对化妆品中邻苯二甲酸酯类化合物进行了提取，再以气相色谱质谱法对其含量进行了分析。

关键词： 邻苯二甲酸酯 化妆品 气相色谱-质谱联用仪

邻苯二甲酸酯(phthalates)是一类广泛应用的增塑剂，许多化妆品的生产离不开邻苯二甲酸酯。在人体内，邻苯二甲酸酯会产生类似于雌激素的作用。它能导致男子精液量和精子数量减少，严重的会导致睾丸癌；同时，增加女性患乳腺癌的几率。在欧盟的化妆品规程76 / 768 / EEC和我国的2007版《化妆品卫生规范》中将邻苯二甲酸二丁酯等7种邻苯二甲酸酯类物质列为化妆品中的禁用组分。

本文利用岛津公司生产的GCMS-QP2010 Ultra对7种邻苯二甲酸酯类物质进行分析，该方法具有操作简单，回收率和重现性好的特点。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra

1.2 分析条件

色谱柱：Rxi-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)

进样方式：不分流进样，1 min

进样口温度：280℃

进样体积：1 μL

载气：He，线速度恒定

柱温程序：60℃(1 min) 20℃/min 220℃(1 min)

5℃/min 280℃(4 min)

离子源温度：230℃

接口温度：280℃

采集方式：SCAN

1.3 样品前处理

对于香水、花露水等液体样品，称取0.5 g于25 mL容量瓶中，甲醇定容至刻度，转移至进样小瓶上机分析。

对于面霜、洁面乳等膏状样品，称取0.5 g于离心管中，加入25 mL甲醇。超声提取30分钟，5000 rpm/min离心5分钟，取上清液过膜后转移至进样小瓶中上机分析。

结果与讨论

2.1 邻苯二甲酸酯标准品出峰谱图

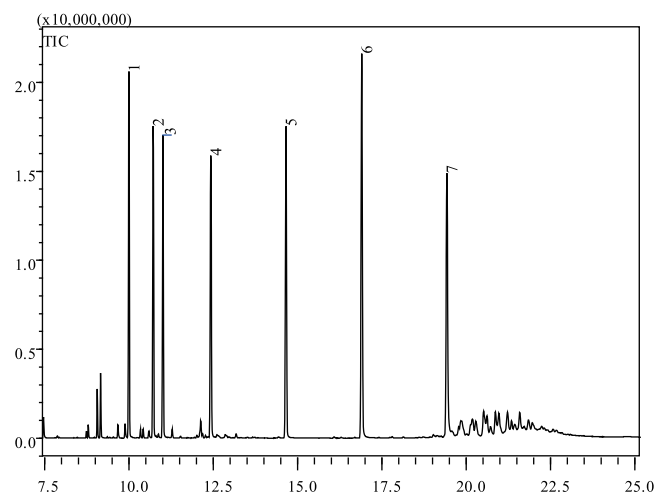


图1 7种邻苯二甲酸酯TIC图

- 1.邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)
- 2.邻苯二甲酸二丁酯(DBP)
- 3.邻苯二甲酸二甲氧基乙酯(DMEP)
- 4.邻苯二甲酸二戊酯(DPP)
- 5.邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)
- 6.邻苯二甲酸(2-乙基己基)酯(DEHP)
- 7.邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)

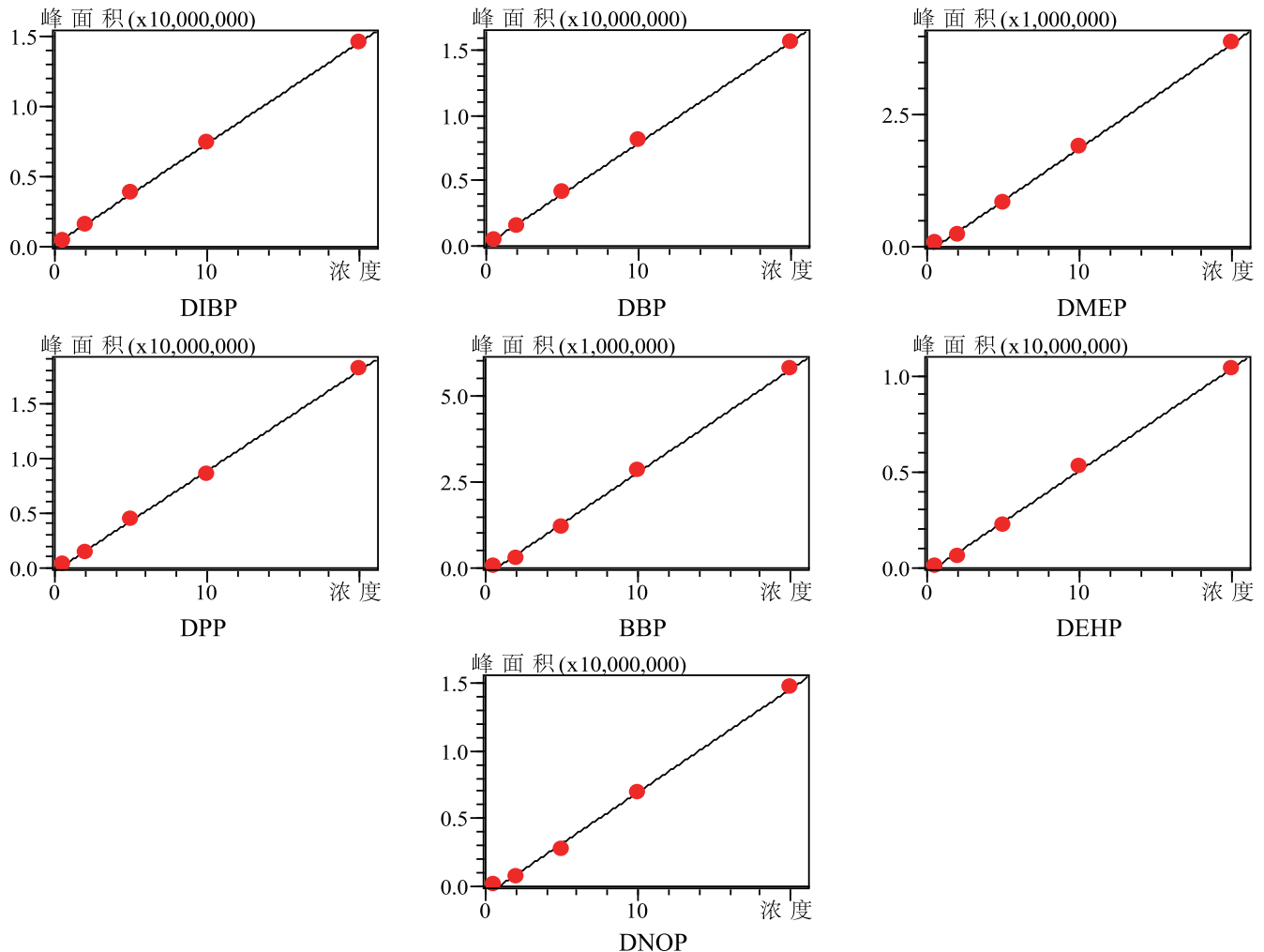
2.2 标准曲线及线性范围

配制一系列浓度为0.5, 2, 5, 10, 20 mg/L的邻苯二甲酸酯的混合标准溶液, 按照1.2所述仪器参数进行分析, 以峰面积为纵坐标, 浓度(mg/L)为横坐标绘制工作曲线。以3倍信噪比计算检出限, 具体结果见表1。

表1 7种邻苯二甲酸酯的工作曲线及检出限

序号	化合物名称	回归方程	相关系数	检出限(μg/kg)
1	DIBP	$Y=721901.0X+149526.8$	0.9998	17.01
2	DBP	$Y=780131.9X+101301.9$	0.9997	12.80
3	DMEP	$Y=198255.7X-118079.6$	0.9994	5.90
4	DPP	$Y=910751.9X-263027.9$	0.9995	6.90
5	BBP	$Y=297919.7X-208876.1$	0.9991	11.40
6	DEHP	$Y=532146.7X-257743.8$	0.9993	1.57
7	DNOP	$Y=761274.2X-655693.7$	0.9986	4.71

各组分的标准曲线如下:



2.3 回收率和重现性测试

取0.5 g化妆品样品，加入一定量邻苯二甲酸酯混标溶液，加标浓度25 mg/kg，按照上述方法进行前处理，测试回收率，结果如下表。

表2 邻苯二甲酸酯的回收率及重现性结果

序号	化合物名称	回收率(%)			平均值(%)	RSD(%)
		1	2	3		
1	DIBP	85.6	89.4	83.1	86.0	3.69
2	DBP	86.7	88.1	95.6	90.1	5.31
3	DMEP	103.2	110.7	105.3	106.4	3.64
4	DPP	100.9	99.8	93.1	97.9	4.31
5	BBP	93.2	88.6	99.5	93.8	5.84
6	DEHP	103.5	111.8	107	107.4	3.88
7	DNOP	110.9	102.6	109.5	107.7	4.13

2.4 样品测试

按照上述方法处理花露水和面霜样品，分析结果见表3。

表3 实际样品测定结果

序号	化合物名称	保留时间(min)	分析结果(mg/kg)	
			花露水	面霜
1	DIBP	10.325	未检出	未检出
2	DBP	11.075	未检出	未检出
3	DMEP	11.400	未检出	未检出
4	DPP	12.850	未检出	未检出
5	BBP	15.150	未检出	未检出
6	DEHP	17.508	33.455	未检出
7	DNOP	19.900	未检出	未检出

结论

本文建立了化妆品中7种邻苯二甲酸酯的分析方法，该方法在测定浓度范围内标准曲线线性关系好，回收率和重现性良好，能够准确地对化妆品中的邻苯二甲酸酯的含量进行测定。