

GCMS 测定化妆品中丙烯腈含量

GCMS-147

摘要：本文采用气相色谱质谱联用仪，建立了测定液体与乳状化妆品中丙烯腈含量的测定方法。在 5~500 $\mu\text{g/L}$ 的范围内建立标准曲线，相关系数为 0.9998，平行 5 次测定峰面积的相对标准偏差为 2.19%，两种样品加标回收率在 77.6% ~ 88% 之间。此方法对丙烯腈检出限为 0.01 $\mu\text{g/L}$ 。此方法简单，操作性强，可用于液体和乳状化妆品中丙烯腈含量的测定。

关键词：气相色谱质谱联用仪 化妆品 丙烯腈

作为有机合成的重要原料，丙烯腈被广泛应用于制造聚丙烯腈纤维（腈纶）、丁腈橡胶、ABS 树脂、AS 树脂、聚丙烯酰胺、丙烯酸酯类、乙二腈、抗水剂和粘胶剂等，同时对环境也造成一定程度的污染。丙烯腈微溶于水，易溶于有机溶剂，其蒸气毒性极大，可抑制细胞呼吸酶。它可由皮肤吸收，并可能伴随着氰化物在组织中的形成。长期接触，会出现神衰综合征，低血压等病症。欧盟最新的化妆品法规《Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council》中规定了 1328 种禁用物质，而丙烯腈是其中的一种。

丙烯腈的检测方法主要有直接进样气相色谱检测法、顶空 - 气相色谱质谱联用法、吹扫捕集 - 气相色谱质谱法等。气质联用法既能够定性又可以准确定量，而直接进样气相色谱法方法简单，无需配备顶空和吹扫捕集等附件，可操作性强，适合用户大批量样品检测。

本文通过样品前处理后直接进样及优化气相色谱质谱分析条件，建立了一种乳状和液体

化妆品中丙烯腈的检测方法，该方法操作简单，灵敏度高，可操作性强，适合大批量样品检测。

实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2010 Ultra

1.2 分析条件

GCMS 参数：

色谱柱：Rtx-Wax, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

进样口温度：200 $^{\circ}\text{C}$

载气：氦气

吹扫流量：3 mL/min

柱温程序：30 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)_30 $^{\circ}\text{C}$ /min_150 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)

恒线速度：36.1 mL/min

柱流量：1.01 mL/min

进样方式：分流进样 (30:1)

离子化方式：EI

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

采集方式：SIM

1.3 样品制备

液体香水：称取一定量样品，用甲醇稀释至一定量，待用。

乳状面霜：称取一定量样品，用甲醇溶解后超声，离心，取上层清液待用。

结果讨论

2.1 丙烯腈标准溶液总离子流图

丙烯腈标准溶液特征离子流图如图 1 所示。

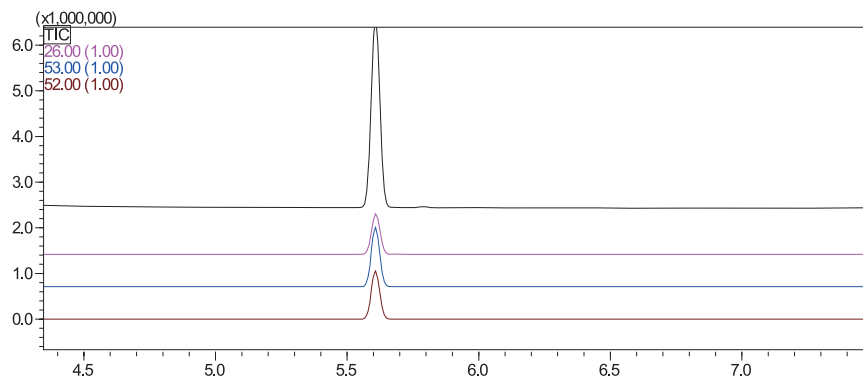


图 1. 丙烯腈标准溶液(100 µg/L)的特征离子流图

表 1. 标准溶液保留时间和特征离子

序号	名称	保留时间(min)	定量离子	参考离子
1	丙烯腈	5.613	53	26,52

2.2 标准曲线

取丙烯腈标准品溶液，配制浓度为 5、10、25、50、100、250、500 µg/L 的系列标准溶液。其标准曲线如下所示。

2.3 检出限

根据 5 µg/L 标准溶液数据，计算方法检出限（3 倍噪声计算）。各组分检出限见表 2。

表 2. 各组分检出限

No.	名称	检出限(µg/L)
1	丙烯腈	0.01

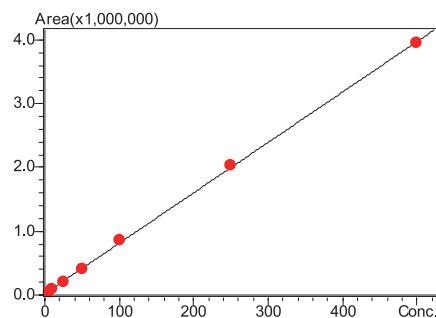


图 2. 丙烯腈标准曲线图($Y = 7899.781X + 22758.54$ $R = 0.9998$)

2.4 重复性测试

50 µg/L 丙烯腈标准溶液重复进样 5 针，结果见表 3，结果表明重现性良好。

表 3. 面积重现性测试

No.	化合物名称	面积1	面积2	面积3	面积4	面积5	RSD (%)
1	丙烯腈	412960	411325	424667	424279	433652	2.19

2.5 回收率测试

将丙烯腈标准溶液添加到化妆品样品中，按照样品前处理方法制备，每种样品配制 2 组加标液，加标样品最终浓度分别为 5 µg/L 和 50 µg/L。每个浓度加标样品分别平行制样 3 次。回收率结果见表 4。

表 4. 加标回收率

No.	样品名称	加标1 平均回收率%		RSD% (n=3)	加标2 平均回收率%		RSD% (n=3)
		5 µg/L			50 µg/L		
1	液体香水	82.3	82.3	5.5	88.0	88.0	4.3
2	乳状面霜	88.0	88.0	6.8	77.6	77.6	6.5

2.6 实际样品检测结果

按照样品前处理方法处理香水和乳状面霜样品，二者均没有检出丙烯腈，检测谱图如下：

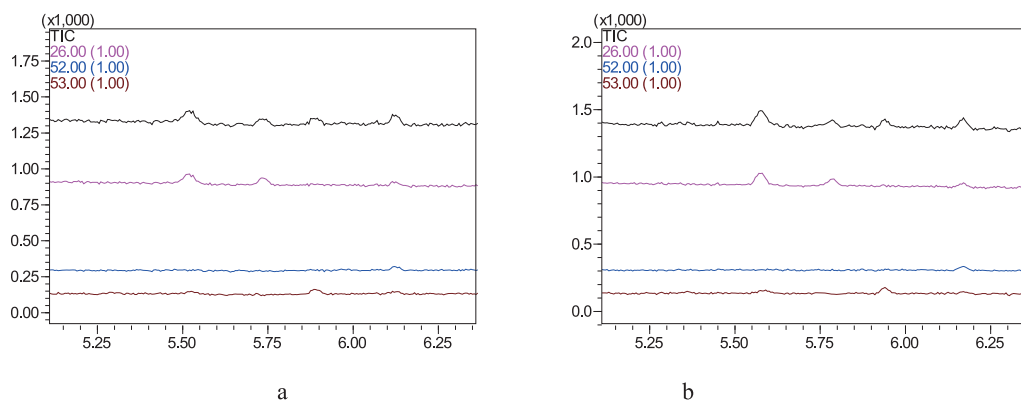


图 3.实际样品谱图 (a 香水样品 b 乳状面霜样品)

结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2010 Ultra 对化妆品丙烯腈进行分析，方法操作简单，在 5~500 $\mu\text{g/L}$ 的范围内建立标准曲线，相关系数为 0.9998，平行 5 次测定峰面积的相对标准偏差为 2.19%，加标回收率在 77.6% ~ 88% 之间，可以用于化妆品中的丙烯腈的检测。