

气相色谱 – 质谱联用法测定化妆品中 2- 氯乙酰胺含量

GCMS-108

摘要：本文建立了气相色谱 – 质谱联用仪测定化妆品中 2- 氯乙酰胺含量的检测方法。样品经无水乙醇提取后，通过 GCMS 进行定性定量分析。在 10~200 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.99979，样品加标回收率在 93~98% 之间，样品加标连续 5 次进样，峰面积 RSD 值均小于 5.0%，精密度良好。

关键词：气相色谱 – 质谱联用仪 化妆品 2- 氯乙酰胺

2- 氯乙酰胺是一种用在化妆品中的防腐剂，该品口服有毒，对呼吸系统和皮肤有刺激性，我国《化妆品卫生规范》（2007 年版）中规定其为限用物质，在化妆品中最大允许浓度为 0.3%。目前国家尚未颁布相关的检测标准，因此建立一套行之有效地测定化妆品中 2- 氯乙酰胺的检测方法就至关重要。

本试验将化妆品样品经无水乙醇提取，利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪对 2- 氯乙酰胺进行定性定量分析。方法操作简单方便，线性关系及仪器精密度高，加标回收率在 93~98% 之间，结果稳定可靠，适用性强，能有效的监测化妆品中的 2- 氯乙酰胺含量。

实验部分

1.1 仪器

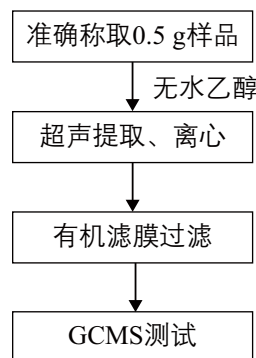
岛津 GCMS-QP2010Ultra 气相质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5MS 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm
柱温：50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min) 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _100 $^{\circ}\text{C}$ 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
300 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)
进样口温度：260 $^{\circ}\text{C}$
柱流量：1.0 mL/min
流速控制方式：恒线速度方式
进样方式：分流
分流比：30:1
离子化方式：EI
离子源温度：250 $^{\circ}\text{C}$
色谱质谱接口温度：260 $^{\circ}\text{C}$

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式 (93、95、76) 进行定量分析。

样品前处理



结果讨论

3.1 2- 氯乙酰胺标准谱图

2- 氯乙酰胺标准溶液扫描总离子流图及质谱图如图 1、图 2 所示。

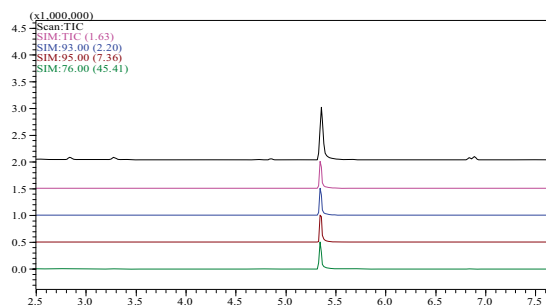


图 1 2- 氯乙酰胺 TIC 图

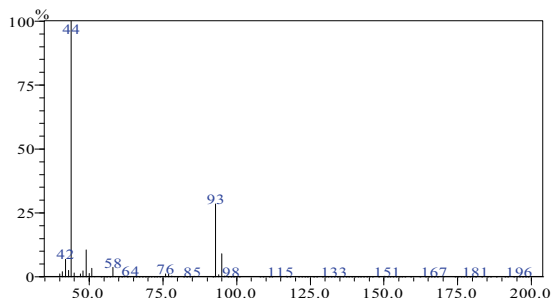


图2 2-氯乙酰胺质谱图

3.2 标准曲线

分别配制 10、50、100、150、200 $\mu\text{g/mL}$ 的 2-氯乙酰胺标准溶液，取 1 μL 进样，以 SIM 方式采集，得到标准曲线如下图 3，相关系数为 0.999。

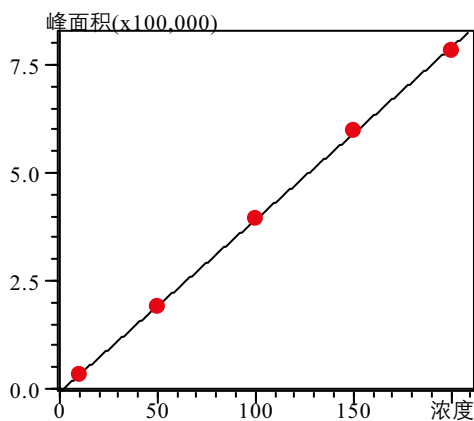


图3 2-氯乙酰胺标准曲线图

3.3 精密度实验

称取 0.5 g 乳液，加入一定量的标液，经乙醇提取后，经连续测定 5 次，考察仪器精密度，得到保留时间和峰面积的 RSD 值如表 1、表 2 所示。

表1 保留时间重复性数据

| 序号 | 保留时间 |
|--------|-------|
| 1 | 5.398 |
| 2 | 5.397 |
| 3 | 5.394 |
| 4 | 5.394 |
| 5 | 5.392 |
| 平均值 | 5.395 |
| RSD(%) | 0.045 |

表2 峰面积重复性数据

| 序号 | 峰面积 |
|--------|--------|
| 1 | 25,437 |
| 2 | 25,875 |
| 3 | 27,516 |
| 4 | 27,560 |
| 5 | 27,729 |
| 平均值 | 26,823 |
| RSD(%) | 4.03 |

3.4 回收率实验

准确称取 0.5 g 乳液与面膜样品，将 2-氯乙酰胺的标准溶液分别添加于两份样品中，加标量为 1.0 g/kg，按 1.1 步骤进行样品处理，考察方法回收率，结果见表 3、表 4 所示。

表3 回收率

| 样品 | 实际值 | 测定值 | 回收率 |
|----|--------|--------|------|
| 名称 | (g/kg) | (g/kg) | (%) |
| 面膜 | - | 0.932 | 93.2 |
| 乳液 | - | 0.980 | 98.0 |

3.5 检测限与定量限

根据 10 $\mu\text{g/mL}$ 标样数据，以 3 倍信噪比计算 2-氯乙酰胺最低检出限为 0.28 mg/kg，以 10 倍信噪比计算 2-氯乙酰胺定量限为 0.94 mg/kg。

结论

本方法使用 GCMS-QP2010 Ultra 化妆品中的 2-氯乙酰胺，在 10~200 $\mu\text{g/mL}$ 范围内标准曲线线性良好，相关系数在 0.999，方法回收率在 93~98% 之间，对乳液样品加标连续 5 次测定，峰面积的 RSD 值分别为 4.03%，精密度良好。本方法操作简单，可有效地检测化妆品中 2-氯乙酰胺的含量。