

气相色谱法测定化妆品中 α -氯甲苯

GC-048

摘要: 本文利用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪, 建立了化妆品中 α -氯甲苯含量测定方法。该方法在 1~100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性关系良好, 相关系数 r 为 0.9995, 且面积重复性良好, RSD 为 4.07%, 检出限为 0.102 $\mu\text{g/mL}$ (3 倍信噪比), 加标回收率平均值为 102%~105%。该方法操作简单, 可用于化妆品中 α -氯甲苯含量的测定。

关键词: 气相色谱仪 α -氯甲苯 化妆品

α -氯甲苯是苯的一个氢被氯甲基取代后形成的化合物, 是重要的有机合成中间体。在通常情况下为无色到微黄色有强烈刺激性气味的液体, 有催泪性, 眼部接触可能引起结膜和角膜蛋白变性, 造成永久损害。 α -氯甲苯具有皮肤刺激性, 可经由多种途径进入人体影响身体健康。而且, 它还有潜在的致癌性: 动物为阳性反应, 人为不肯定反应。因而在《化妆品卫生规范》(2007年版) 将 α -氯甲苯列为禁用物质, 在欧盟 76/768/EEC 化妆品指令中, α -氯甲苯也属禁用物质。

α -氯甲苯广泛应用于医药、农药、香精、染料助剂等方面, 在化妆品中存在的微量 α -氯甲苯来源于化妆品原料的生产过程的残留。考虑到化妆品基体成分非常复杂, 因此对于测定过程中出现的阳性结果, 可采用气相色谱-质谱法进一步确证, 排除假阳性。

本文采用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪, 参考《化妆品中 α -氯甲苯的检测方法》(征求意见稿), 建立了检测化妆品中 α -氯甲苯的快速、简便、灵敏度高的分析方法, 适用于面霜、沐浴露、香水类化妆品。

实验部分

1.1 仪器配置

GC-2010 Plus 气相色谱仪

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱-质谱联用仪

1.2 实验条件

GC 参数:

色谱柱: Rtx-1701, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温: 90 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _250 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)

进样口温度: 220 $^{\circ}\text{C}$

进样方式: 分流进样

分流比: 5:1

载气: 氮气

载气线速度: 37 cm/sec

进样量: 1 μL

检测器: FID

检测器温度: 260 $^{\circ}\text{C}$

空气流量: 400 mL/min

氢气流量: 40 mL/min

尾吹气: 30 mL/min

GCMS 参数:

色谱柱: Rtx-1701, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

进样口温度: 220 $^{\circ}\text{C}$

色谱柱温度: 90 $^{\circ}\text{C}$ (4 min)_12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _250 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)

载气: 氦气

载气控制方式: 恒线速度

线速度: 45.3 cm/sec

进样方式: 分流进样

进样量: 1 μL

离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$

溶剂延迟时间: 2 min

开始时间: 3 min

采集方式: SCAN 模式, m/z 35~350

1.3 样品前处理

称取 0.5 g (精确至 0.1 mg) 样品置于顶空瓶中, 依次加入 1 g 氯化钠、5.0 mL 超纯水和 5.0 mL 环己烷。密封后, 以漩涡混合器将试样分散萃取 5 分钟。将样品转入离心管, 在 10000 rpm 转速下高速离心 5 分钟, 取上层有机相作为未知样品待测液。

■ 结果讨论

2.1 标准谱图

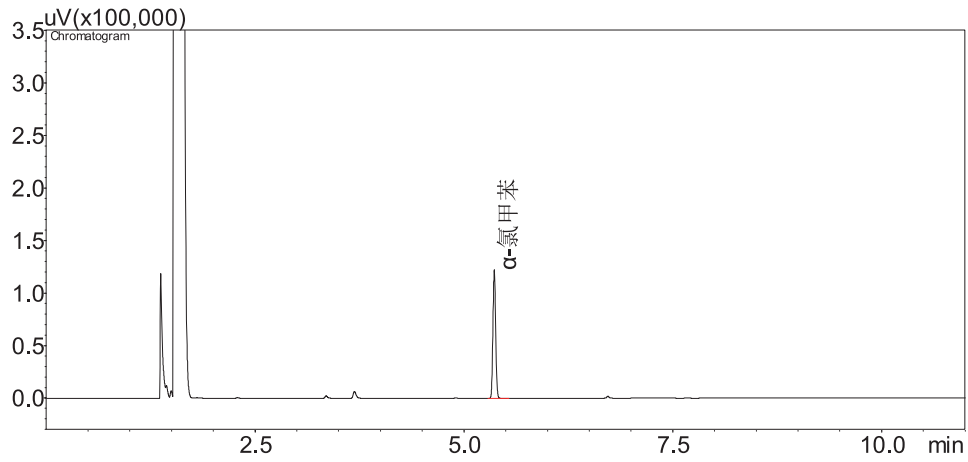


图1 α -氯甲苯标准溶液气相色谱图(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

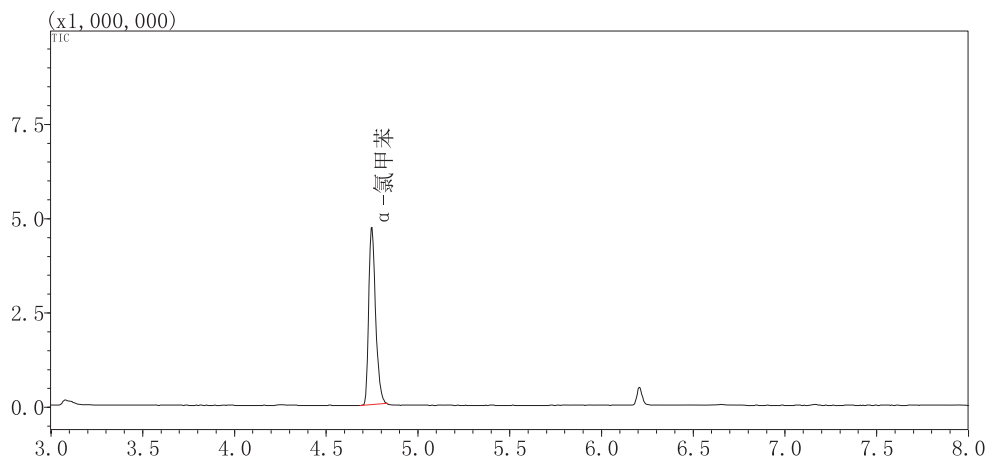


图2 α -氯甲苯标准溶液 TIC 图(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

2.2 标准曲线

使用环己烷配制 α -氯甲苯标准溶液，浓度分别为 1、2.5、12.5、20、50、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。 α -氯甲苯标准曲线如图3所示。

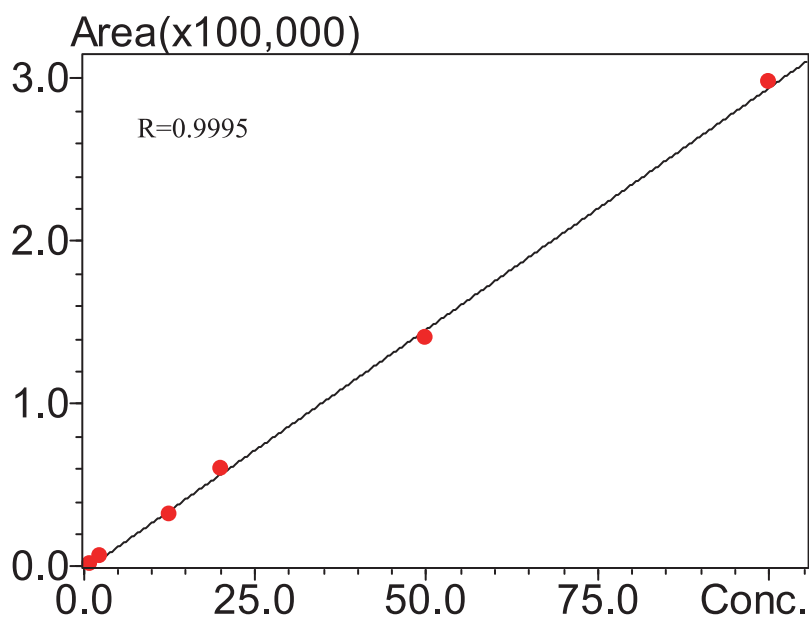


图3 α -氯甲苯标准曲线

2.3 检出限及重现性

根据 2.5 $\mu\text{g/mL}$ α -氯甲苯标准溶液平行 6 针进样数据，计算数据峰面积重复性，根据 1 $\mu\text{g/mL}$ α -氯甲苯标准溶液的峰高，单点计算数据方法检出限（3 倍噪声）。 α -氯甲苯检出限及重复性，见表 1。

表 1 α -氯甲苯检出限与重复性

组分名称	保留时间(min)	相关系数	检出限($\mu\text{g/mL}$)	RSD%
α -氯甲苯	5.361	0.9995	0.102	4.07

2.4 样品测试结果及回收率

分别向 3 种样品基质中添加适量 100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的 α -氯甲苯，每个基质添加样品平行处理三份进行实验，回收率为三份平行实验结果扣除空白后的平均值，样品测定结果和回收率数据见表 2。

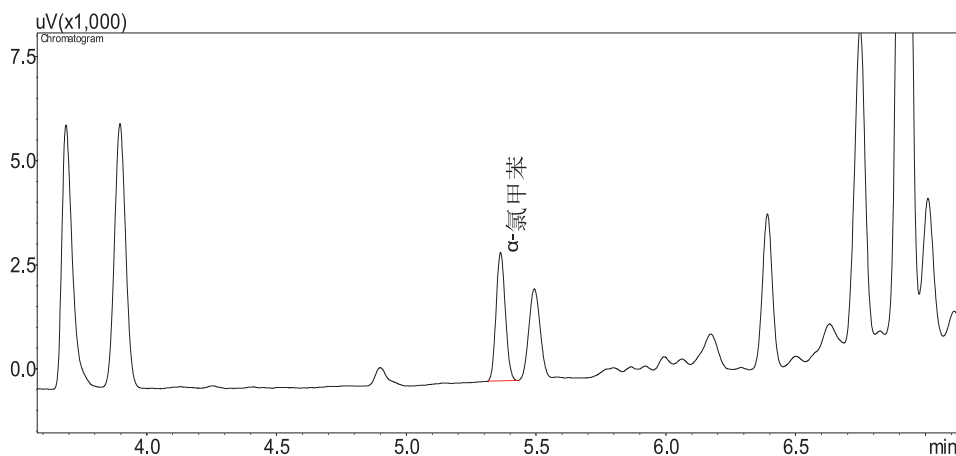


图 4 面霜加标样品色谱局部放大图

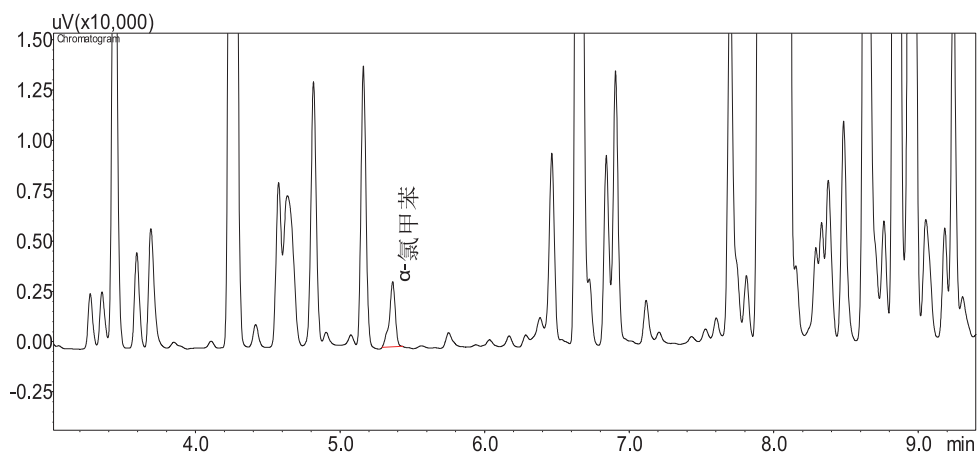


图 5 香水加标样品色谱局部放大图

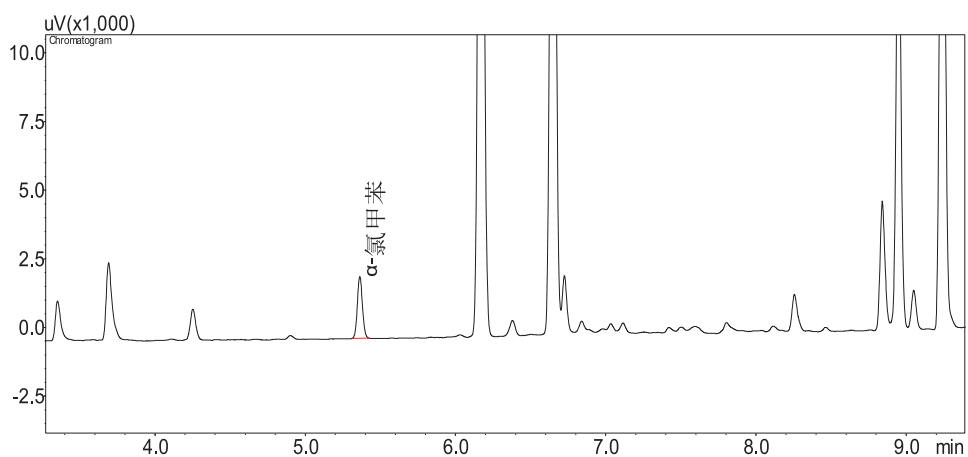


图 6 沐浴露加标样品色谱局部放大图

表 2 样品测定结果和回收率

样品名称	加标浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)	加标量(mg/kg)	回收率%
面霜	2.5	25.0	102
香水	2.5	25.0	105
沐浴露	2.5	25.0	103

结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Plus 分析化妆品中 α -氯甲苯含量, 在 1~100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内标准曲线线性良好, 检出限为 0.102 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (3 倍信噪比), 加标回收率平均值为 102%~105%。本方法可用于不同基质化妆品中 α -氯甲苯含量的检测。