

# GCMS 法测定个人洗护产品中 L4 和 M3T 两种硅氧烷化合物含量

GCMS-631

**摘要：** 本文使用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了个人洗护产品中十甲基四硅氧烷和 1,1,1,3,5,5,5- 七甲基 -3-[( 三甲基硅基 ) 氧基 ] 三硅氧烷 2 种硅氧烷含量的检测方法，并进行了方法学考察。结果表明，该方法前处理简单、各化合物线性及重复性结果良好，表明该方法可用于个人洗护产品中两种硅氧烷化合物含量的测定。

**关键词：** 气质联用仪 SVHC 硅氧烷类

## 技术特点：

- ❖ 采用盐析 + 溶剂萃取结合的前处理方式，操作简单，回收率可靠。
- ❖ 采用了 SCAN+SIM 同步采集模式，可兼顾其他 SVHC 硅氧烷类物质的定性评估，同时提高目标物定量准确性。

2025 年 6 月 25 日，欧洲化学品管理局 (ECHA) 正式宣布将 3 项新的有害化学物质列入欧盟 REACH 法规下的高关注物质 (SVHC) 候选清单，分别为十甲基四硅氧烷和 1,1,1,3,5,5,5- 七甲基 -3-[( 三甲基硅基 ) 氧基 ] 三硅氧烷和活性棕 51，使 SVHC 列表清单增加至 250 项。

十甲基四硅氧烷和 1,1,1,3,5,5,5- 七甲基 -3-[( 三甲基硅基 ) 氧基 ] 三硅氧烷，俗称 L4 和 M3T，两者为同分异构体，均为高持续性和高生物累积性污染物，

因此被列入 SVHC 列表。

两种硅氧烷主要作为粘稠剂，被用于个人洗护产品、油漆、涂料、硅橡胶加工等领域。

硅氧烷类物质的测定方法常采用气相或气质联用法。本文参考国家标准 GB/T 40955-2021 的前处理方式，采用岛津最新型号气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2050，建立了个人洗护产品中两种硅氧烷的测定方法，并进行线性、重复性、检出限、回收率等方法学验证。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2050

### 1.2 分析条件

色谱柱：SH-I-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：60°C (2 min)\_15°C /min\_120°C \_40°C /min\_300°C (3min)

进样口温度：260°C

离子源温度：230°C

载气控制模式：恒线速度 (40 cm/sec)

接口温度：280°C

进样方式：分流进样 (分流比 10:1)

采集模式：FASST 模式，m/z 45-500，

进样量：1.0 μL

SIM 离子信息请见表 1

## ■ 样品前处理

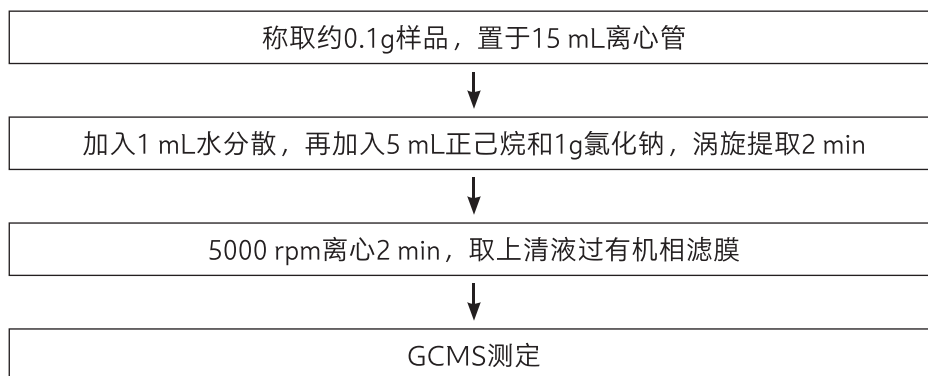


图1 前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

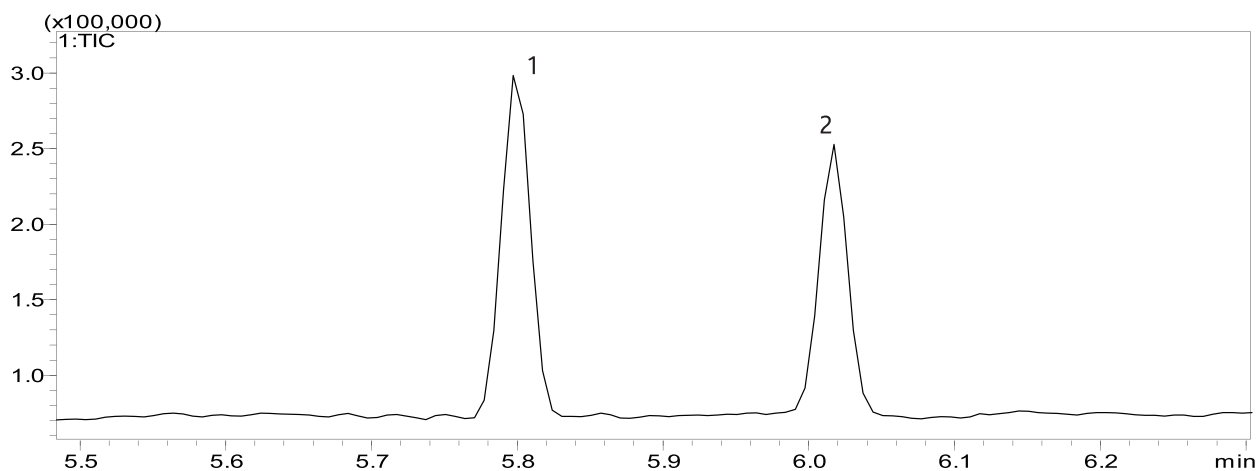


图2 标准溶液色谱图 (0.01 mg/L)

表1 化合物信息表

| No. | 化合物名称                               | 英文简称 | CAS 号      | 保留时间 (min) | 定量离子 (m/z) | 定性离子 (m/z) |
|-----|-------------------------------------|------|------------|------------|------------|------------|
| 1   | 十甲基四硅氧烷                             | L4   | 141-62-8   | 5.788      | 207        | 295        |
| 2   | 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-[(三甲基硅基)氧基]三硅氧烷 | M3T  | 17928-28-8 | 6.006      | 207        | 295        |

### 3.2 标准曲线与检出限

以正己烷为溶剂，配制系列浓度为 0.01、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 mg/L，上机测试。以外标法建立标准曲线，两化合物标准曲线见图 3。取浓度 0.01 mg/L 标准溶液，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。0.01 mg/L 标准溶液质量色谱图见图 3，标准曲线信息、检出限结果见表 2。

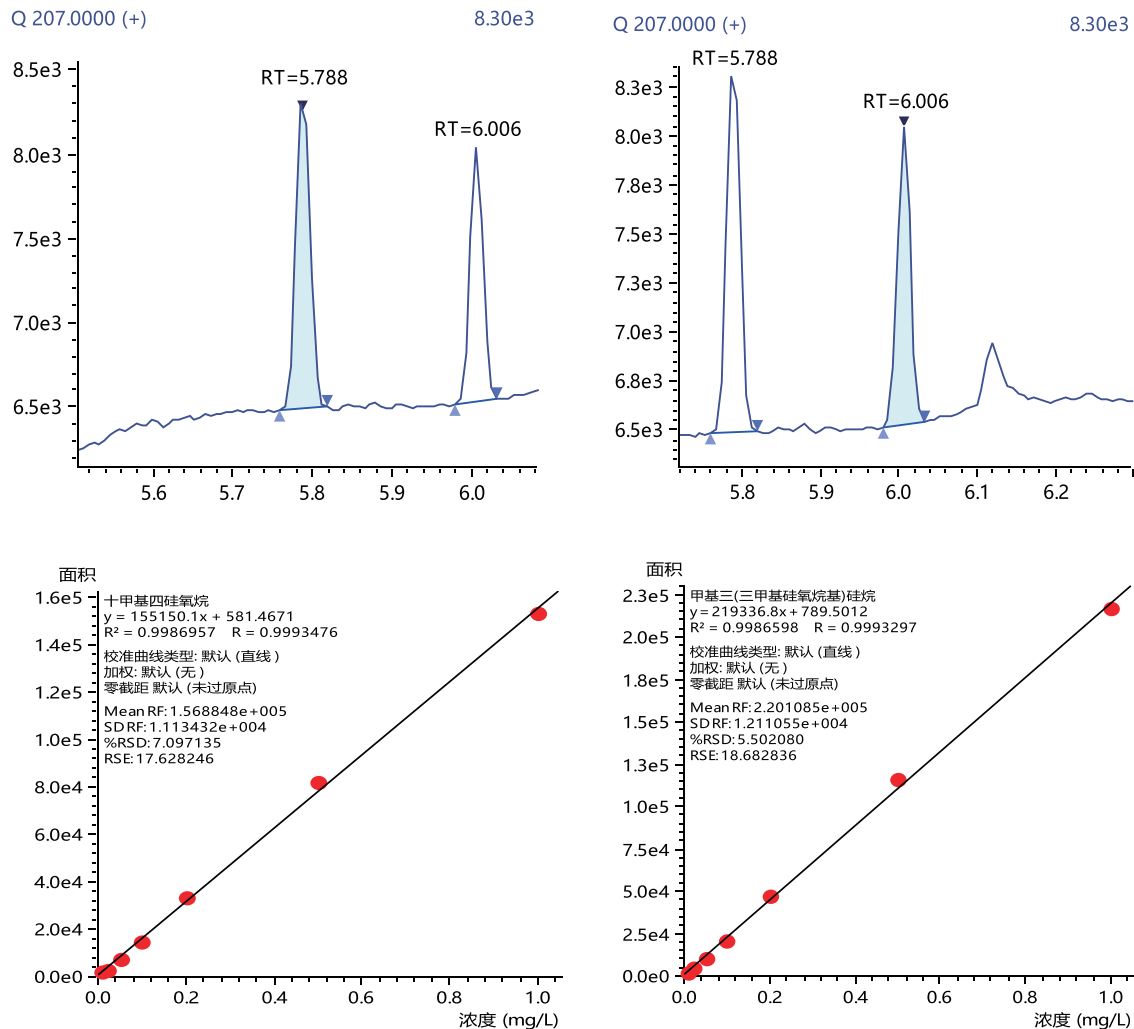


图3 L4(左)和M3T(右)质量色谱图及标准曲线

表2 化合物标准曲线线性相关系数及仪器检出限

| No. | 化合物名称 | 相关系数 R | 检出限 (mg/L) |
|-----|-------|--------|------------|
| 1   | L4    | 0.9993 | 0.0013     |
| 2   | M3T   | 0.9993 | 0.0015     |

### 3.3 重复性测试

取浓度为 0.01 mg/L 混合标准溶液, 连续进样 6 针, 考察重复性。具体结果见表 3。

表3 重复性结果 (n=6)

| No. | 化合物名称 | 峰面积  |      |      |      |      |      | RSD(%) |
|-----|-------|------|------|------|------|------|------|--------|
|     |       | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |        |
| 1   | L4    | 1236 | 1258 | 1216 | 1283 | 1256 | 1251 | 1.80   |
| 2   | M3T   | 1594 | 1654 | 1600 | 1637 | 1641 | 1687 | 2.12   |

### 3.4 样品及加标回收测试

取某品牌洗发水样品经测试，经测定不含有上述两种硅氧烷化合物，采用该样品进行加标回收率实验。添加浓度为 2.5mg/kg，平行实验三次，计算三次的回收率平均值。具体结果如下：

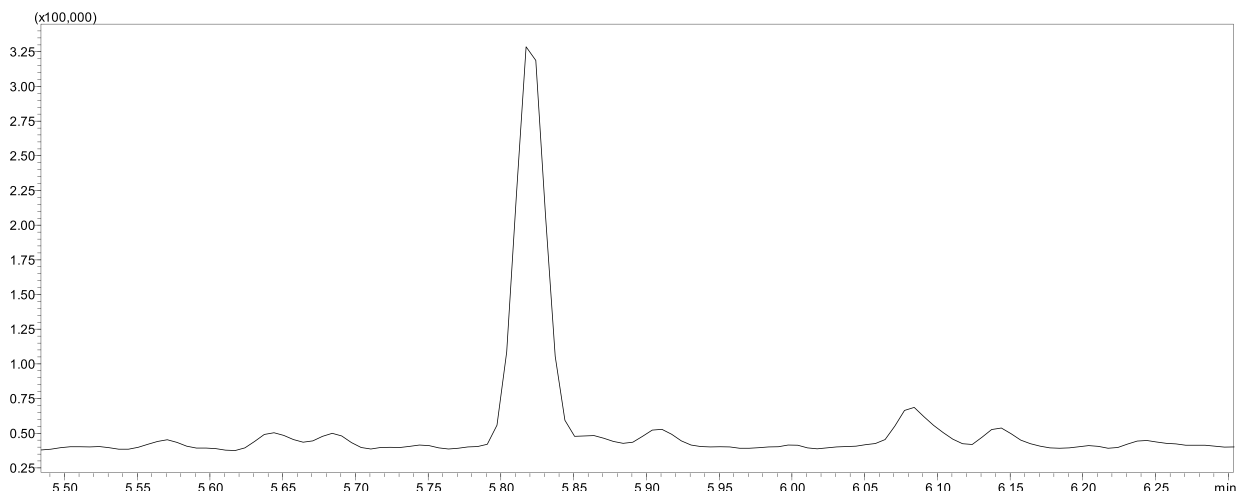


图 4 洗发水样品色谱图

表 4 回收率结果 (n=3)

| No. | 化合物名称 | 样品测定结果<br>(mg/kg) | 加标测定结果 (mg/kg) |      |      | 平均回收率<br>(%) |
|-----|-------|-------------------|----------------|------|------|--------------|
|     |       |                   | 1              | 2    | 3    |              |
| 1   | L4    | N.D.              | 2.15           | 2.34 | 2.58 | 94.27        |
| 2   | M3T   | N.D.              | 2.49           | 2.71 | 2.98 | 108.93       |

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文使用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了个人洗护产品中 L4 和 M3T 两种硅氧烷成分的检测方法。在 0.01~1.0 mg/L 浓度范围内，化合物线性相关系数大于 0.999。取浓度为 0.01mg/L 混合标准溶液，连续进样 6 针，化合物峰面积 RSD% 小于 3%。代表性样品加标回收率实验 (n=3) 平均回收率在 80~120% 之间。经方法学验证，该方法可作为个人洗护产品中 L4 和 M3T 两种硅氧烷成分检测之参考。

岛津应用云

