

顶空气相色谱法分析化妆品中 15 种挥发性有机溶剂残留

车金水 梁立娜
赛默飞世尔科技(中国)有限公司

禹重科技® ÜZONGLAB

引言

化妆品生产中普遍使用有机溶剂，通常用于溶解和分散香精、杀菌防腐剂、油脂、表面活性剂、营养剂及颜料等组分。另外，在化妆品原材料加工过程中亦可能会带入一些有毒的有机溶剂^[1]。《化妆品卫生规范(2007)》中明确规定：苯、氯仿、四氯化碳、二氯乙烷类、二氯乙烯类、四氯乙烯等有机溶剂禁止用于化妆品生产^[1-2]。目前，国内化妆品中挥发性有机溶剂的标准测定方法仍处于验证研究阶段。

本文采用赛默飞最新推出的 TRACE 1310 GC 气相色谱和 TriPlus RSH 三合一样品处理平台进行实验，采用顶空气相色谱法测定化妆品中的 15 种挥发性有机物，方法灵敏准确，简单可行。

测试条件

仪器

TRACE 1310 GC 气相色谱仪，配 FID 检测器；TriPlus RSH 三合一样品处理平台。

仪器条件

顶空自动进样器条件

孵化炉温度：60℃

进样针温度：80℃

孵化时间：30min

色谱条件

色谱柱：TR-V1 (30 m × 0.32 mm × 1.8 μm)

柱温：40℃ (20 min)，10℃ /min 到 120℃ (0 min)，

30℃ /min 到 250℃ (5 min)

进样方式：分流进样，分流比为 10:1

进样口温度：200℃

载气：氮气 (99.999%)，恒流模式，1.5 mL/min

FID：检测器温度：250℃，载气流速：35 mL/min，

空气流速：350 mL/min，尾吹气：40 mL/min

样品前处理

称取样品约 0.1g (精确至 1mg) 于 10mL 顶空瓶中，加入 1.0g 氯化钠，加水 10mL，立即盖上瓶盖轻轻摇匀，待 GC 分析。

结果与讨论

标准品色谱图及样品加标色谱图

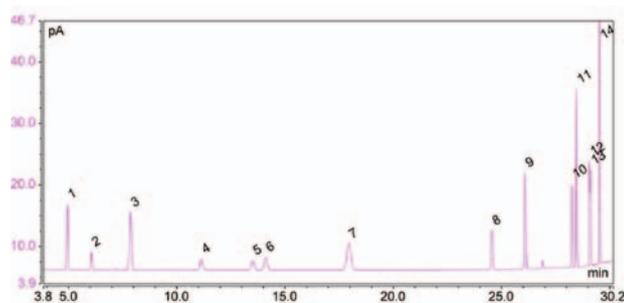


图 1. 15 种挥发性有机物的标准溶液色谱图

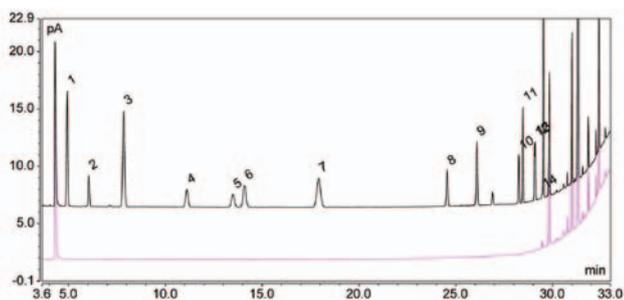


图 2. 样品及样品加标色谱图

线性、检出限及 RSD

配制混合标准溶液，采用上述方法分别进样分析，考察各组分的线性。实验结果表明 15 种组分线性关系良好，

在测试的浓度范围内线性相关系数均大于 0.999 (见表 1)。同时以三倍信噪比计算各组检出限，各组检出限在 0.01-0.25 mg/kg 之间。

表 1. 保留时间、线性及检出限数据

序号	化合物	保留时间 /min	线性范围 ng/L	线性方程	R2/%	检出限 /mg/kg
1	1, 1- 二氯乙烯	4.93	50-2000	$Y=-0.0438+0.0008*X$	0.9998	0.10
2	二氯甲烷	6.04	50-2000	$Y=-0.0121+0.0002*X$	0.9991	0.25
3	1, 1- 二氯乙烷	7.84	50-2000	$Y=-0.0485+0.0010*X$	0.9999	0.08
4	三氯甲烷	11.11	50-2000	$Y=-0.0079+0.0003*X$	0.9992	0.25
5	1, 2- 二氯乙烷	13.49	50-2000	$Y=0.0068+0.0012*X$	0.9991	0.25
6	苯	14.08	10-500	$Y=-0.0152+0.0003*X$	0.9992	0.10
7	三氯乙烯	17.91	50-2000	$Y=-0.0585+0.0009*X$	0.9998	0.18
8	甲苯	24.55	10-500	$Y=0.0120+0.0023*X$	0.9993	0.08
9	四氯乙烯	26.08	50-2000	$Y=-0.0785+0.0011*X$	0.9991	0.08
10	乙苯	28.25	10-500	$Y=0.0079+0.0030*X$	0.9991	0.05
11	间、对 - 二甲苯	28.46	10-500	$Y=0.0072+0.0031*X$	0.9991	0.05
12	苯乙烯	29.06	10-500	$Y=0.0078+0.0030*X$	0.9992	0.05
13	邻 - 二甲苯	29.11	10-500	$Y=0.0091+0.0024*X$	0.9995	0.05
14	异丙苯	29.46	50-2000	$Y=-0.2019+0.0036*X$	0.9999	0.01

实际样品测试及加标回收

于超市中购买沐浴露、洗发露、护发素及脸部护理乳液共 6 种样品，采用本方法进行检测。实验结果表明：6 类样品中均未检测出所测试的 15 种挥发性有机溶剂。

同时本实验取脸部护理样品，分别进行 3 种不同水平的加标回收率实验，加标浓度为 0.1、0.5、1.0 mg/L (苯系物加标浓度分别为 0.05、0.10 和 0.20mg/L)，考察 15 种挥发性有机溶剂的加标回收情况。实验结果表明各组分的加标回收率均在 89.8-109.8% 之间，符合日常分析检测的要求。

对 0.5mg/L 加标水平做 5 个平行样品，各化合物 RSD 在 0.9-5.2% 之间 (表 2)。

总结

本方法采用 Thermo Fisher Scientific 全新一代 TRACE 1310 GC 和 TriPlus RSH 进行实验，能够完全满足检测灵敏度，精密度的要求。同时本方法前处理简单快速，加标回收率高，仪器检测灵敏度高，线性范围良好。

表 2. 加标回收率及 RSD 数据 (n=5)

序号	化合物	水平 1 %	水平 2 %	水平 3 %	RSD %
1	1, 1- 二氯乙烯	94.3	97.8	99.7	1.1
2	二氯甲烷	109.3	105.1	107.9	2.4
3	1, 1- 二氯乙烷	109.8	96.9	103.0	2.1
4	三氯甲烷	101.9	102.4	99.3	3.2
5	1, 2- 二氯乙烷	106.7	103.6	98.6	2.2
6	苯	96.4	98.2	105.5	3.7
7	三氯乙烯	106.3	101.4	103.7	3.1
8	甲苯	101.2	96.5	97.8	2.6
9	四氯乙烯	94.1	97.4	98.3	1.2
10	乙苯	102.9	105.3	97.1	2.1
11	间、对 - 二甲苯	103.1	99.5	95.6	1.6
12	苯乙烯	102.4	97.5	89.8	4.5
13	邻 - 二甲苯	108.9	96.2	93.6	5.2
14	异丙苯	96.8	102.1	103.4	0.9

参考文献

- [1] 许瑛华, 朱炳辉, 钟秀华. 顶空气相色谱法测定化妆品中 15 种挥发性有机溶剂残留 [J]. 色谱, 2010, 28(1): 73-77.
- [2] 《化妆品卫生规范 (2007)》[S].

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼

电话: 021-8039 4499 传真: 021-5433 0867

上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港

全国销售和售后服务电话: 400-808-4598

邮编: 201104, China

邮箱: shanghai@uzong.cn

更多信息请访问: www.uzong.cn

ThermoFisher
SCIENTIFIC



了解我们



微信公众号