

顶空 - 气相色谱质谱法快速测定化妆品中的二噁烷含量

吕建霞 余翀天
赛默飞世尔科技（中国）有限公司

禹重科技® ÜZONGLAB

关键词

Triplus 300; 单四级杆质谱仪; TG-5 色谱柱

目标

建立高效的顶空与气相色谱质谱联用检测方法, 灵敏、快速测定化妆品中的二噁烷的含量

样品中的二噁烷经顶空孵化后, 直接抽取上方气体样品由气质联用仪分析

引言

二噁烷 (dioxane), 别名二氧六环、1,4-二氧己环。无色液体, 稍有香味, 属微毒类, 对皮肤、眼部和呼吸系统有刺激性, 并且可能对肝、肾和神经系统造成损害, 急性中毒时可能导致死亡。二噁烷作为溶剂、乳化剂、去垢剂等, 广泛用于牙膏、洗发水等个人护理产品中。目前中国没有二噁烷相关限量标准, 但二噁烷属于化妆品中禁止作为生产原料添加的组分, 美国规定化妆品中二噁烷的限量为小于 20mg/Kg。

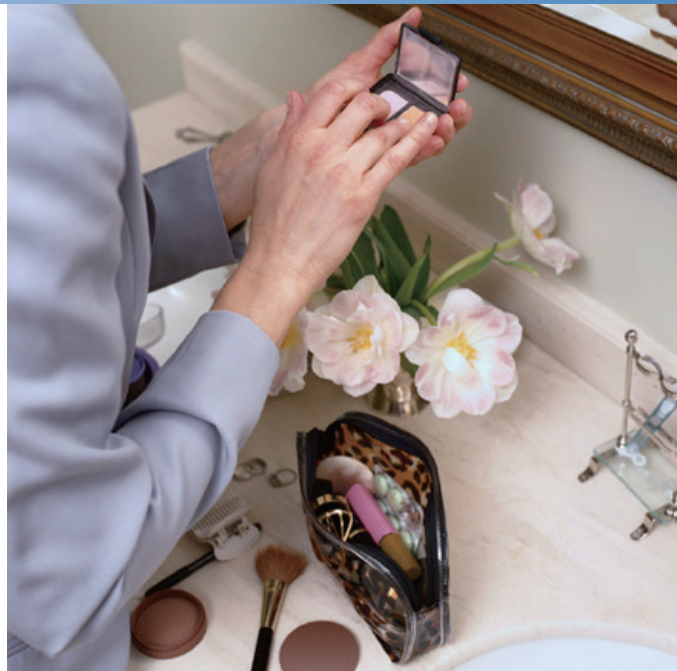
本方法依据标准方法^[1]建立, 采用顶空与气相色谱质谱仪联用的方法灵敏快速的检测化妆品中的二噁烷, 方法简单, 准确性与重现性良好, 灵敏度高, 检出限远远低于标准方法中的 2.5mg/kg, 能够满足目前对化妆品中二噁烷的检测要求。

仪器

Trace1310-ISQ 气相色谱质谱联用仪, 配 EI 源 (Thermo Scientific); Triplus300 顶空自动进样器 (Thermo Scientific) 天平 (Thermo Scientific)

耗材

色谱柱: TG-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
(Thermo Scientific, PN: 26098-1420)



试剂与标准品

二噁烷标准品: 含量 ≥ 99% (Sigma);
氯化钠: 优级纯

标准溶液的制备

二噁烷标准储备液: 准确称取适量的二噁烷标准品 (准确至 0.0001g), 用水配制成浓度为 1000mg/L 的标准储备液, 储存在冰箱中备用。

二噁烷标准工作液: 用水将上述储备液分别配成二噁烷浓度为 10mg/L、100mg/L 的标准工作溶液。

样品前处理

准确称取混匀样品 2.0g, 精确至 0.01g, 置于顶空进样瓶中, 加入 1g 氯化钠固体, 加入 8mL 蒸馏水, 密封后轻轻摇匀, 置于顶空进样器中, 在 70°C 下平衡 40min。取气液平衡后的上部气体 1mL, 进入气相色谱质谱检测。

标准溶液取适量分别加水定容至 10mL，加入 1g 氯化钠固体，密封后轻轻摇匀，置于顶空进样器中，同样品进行检测。

实验条件

色谱柱类型 尺寸及柱温	TG-5 MS, 30 m, 0.25 mm, 0.25 μ m 柱温: 30°C (5 min), 50°C/min 到 100°C, 保持 2 min。
检测器类型、 工作参数	MS 检测器, 选择离子监测模式: 88,58,43 离子源温度: 280°C 传输线温度: 280°C
载气类型 及流速	高纯氦气, 恒流模式, 流速: 1.0 mL/min
顶空进样器 参数	进样模式: split, 分流比: 20:1, 进样口温度: 210°C。 Triplus 300 顶空进样器参数 Oven: 70°C, manifold: 150°C, transfer line: 200°C Vial equilibration time: 40min Pressure mode, 100kpa, injection time, 0.5min

结果与讨论

图 1 为二噁烷标准溶液的顶空分析得到的谱图，二噁烷出峰时间为 4.70min。

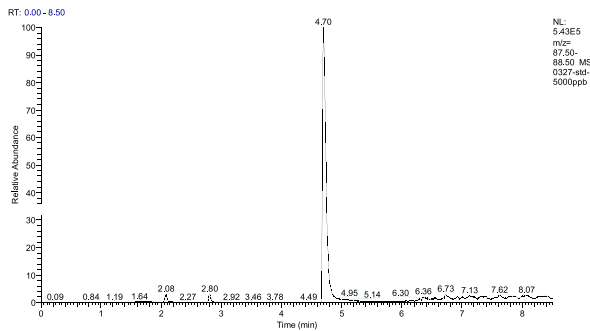


图 1. 二噁烷标准溶液顶空分析得到的谱图 (5000 μ g/L)

配制系列标准溶液，浓度为 50、100、200、1000、2000、5000 μ g/L，体积为 10mL，分别加入 1.0gNaCl，置于顶空自动进样器中待分析。得到的峰面积对浓度作图得标准曲线，见图 2。

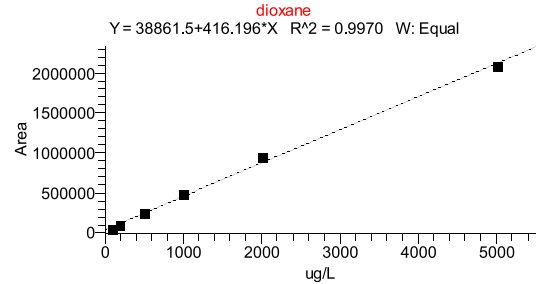


图 2. 顶空测定二噁烷的线性情况

添加一定量二噁烷标准品于洗发水样品中，添加浓度为 2.5、5、15mg/kg，每个浓度水平做 3 个平行样测定，考察该方法的重现性。结果列于表 1 中。方法检出限以 3 倍信噪比计算为 0.25mg/kg。

实际样品测定：取 2.0g 样品于 20mL 顶空瓶中，加入 1gNaCl 和 8mL 蒸馏水，3 个样品的顶空测定结果为样品 1 检出含量为 3.5mg/kg、样品 2 未检出、样品 3 未检出。实际样品测定谱图见图 4。

表 1. 方法回收率、重现性

	添加水平 (mg/kg)		
	2.5	5.0	15.0
1	60.0	68.9	94.3
2	69.8	70.9	96.5
3	72.0	72.2	91.0
平均回收率 (%)	67.3	70.7	94.0
RSD (%)	9.5	2.4	2.9

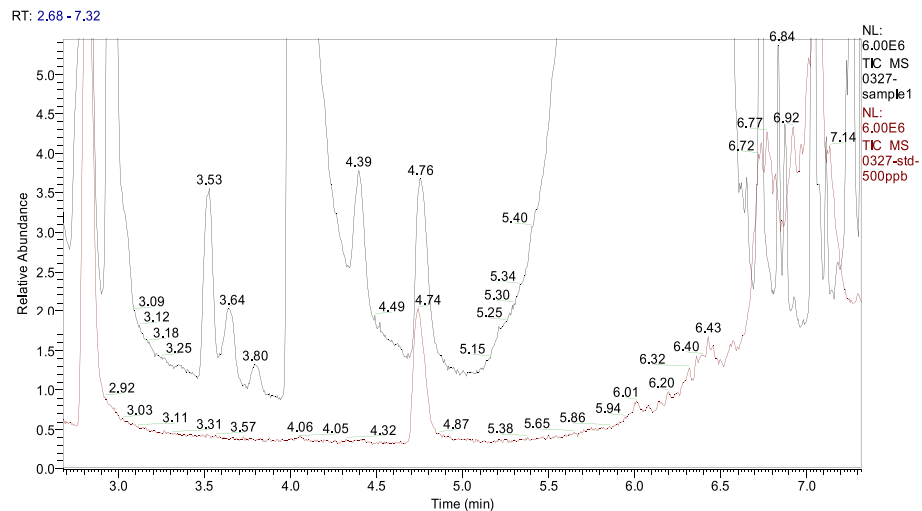


图 4a. 实际样品测定总离子流图 (黑色为实际样品, 暗红色为标准品)

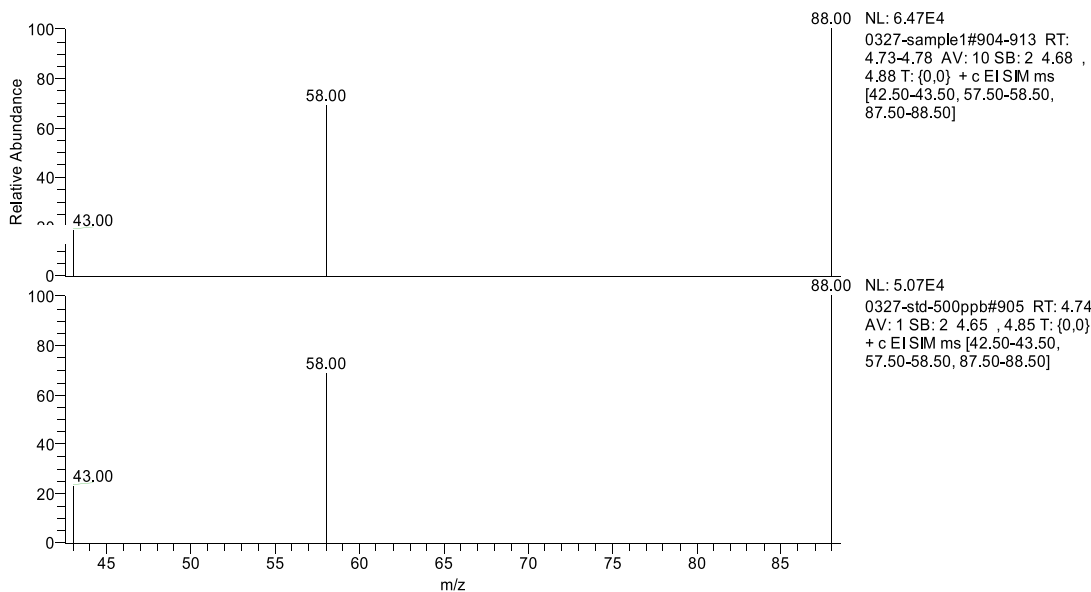


图 4b. 实际样品测定质谱图 (上图为实际样品, 下图为标准品)

结论

使用 HS-GCMS 检测化妆品中的二噁烷, 方法简单, 检测灵敏度高, 选择离子的监测模式可以有效排除样品中的干扰组分, 定量结果更加准确, 方法重现性好, 3 次平行测定 RSD 在 2.4-9.5%, 回收率在 67.3-94.0%, 满足化妆品中二噁烷的测定需求。

参考文献

- [1] SN/T 1784-2006 进出口化妆品中二噁烷残留量的测定
气相色谱串联质谱法

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