

气相色谱-质谱法测定化妆品中新铃兰醛

陈青青

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 试样加入乙腈后, 超声提取, 离心沉淀, 上清液用气相色谱-质谱法联用仪检测, 外标法定量。

关键词: 气相色谱-质谱法;检测方法;新铃兰醛

1 检测方法

参照 GB/T 40891-2021 《化妆品中新铃兰醛的测定 气相色谱-质谱法》

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 乙腈: 色谱纯。

2.1.2 新铃兰醛标样: 纯度 97.6%。

2.2 仪器设备

2.2.1 S900 GC-MSD

2.2.2 色谱柱: RBX-50/30m*0.25mm*0.25 μ m

2.2.3 分析天平

2.2.4 涡旋振荡器

2.2.5 超声波清洗仪

2.2.6 离心机

2.2.7 一般实验常用仪器。

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

3.1.1 标准储备液的配制

准确称取 0.0198g (精确至 0.0001g) 新铃兰醛标样 (2.1.2) 于 25 mL 棕色容量瓶中, 用乙腈溶解稀释至刻度, 混匀, 配制成 792mg/L 的标准储备液 (以两种异构体的总量计)。

3.1.2 标准使用液

准确移取 100 μL 标准储备液 (3.1.1) 于 10mL 棕色容量瓶中, 用乙腈溶解稀释至刻度, 混匀, 配制成 7.92mg/L 的标准使用液 (以两种异构体的总量计)。

3.1.3 I级标准溶液

准确移取 25 μL 标准使用液 (3.1.2) 于棕色样品瓶中, 加入 975 μL 乙腈, 摇匀, 配制成 0.198mg/L 的I级标准溶液 (以两种异构体的总量计)。

3.1.4 II级标准溶液

准确移取 50 μL 标准使用液 (3.1.2) 于棕色样品瓶中, 加入 950 μL 乙腈, 摇匀, 配制成 0.396mg/L 的II级标准溶液 (以两种异构体的总量计)。

3.1.5 III级标准溶液

准确移取 100 μL 标准使用液 (3.1.2) 于棕色样品瓶中, 加入 900 μL 乙腈, 摇匀, 配制成 0.792mg/L 的III级标准溶液 (以两种异构体的总量计)。

3.1.6 IV级混合标准溶液

准确移取 250 μL 标准使用液 (3.1.2) 于棕色样品瓶中, 加入 750 μL 乙腈, 摇匀, 配制成 1.98mg/L 的IV级标准溶液 (以两种异构体的总量计)。

3.1.7 V级混合标准溶液

准确移取 500 μL 标准使用液 (3.1.2) 于棕色样品瓶中, 加入 500 μL 乙腈, 摇匀, 配制成 3.96mg/L 的IV级标准溶液 (以两种异构体的总量计)。

3.2 试样的制备

称取卸妆水样品 1 g (精确至 0.0001 g) 于 10 mL 棕色容量瓶中, 加入乙腈定容至刻度, 超声提取 15 min, 以 5000 r/min 离心 3 min 后, 取上清液经 0.22 μm 有机滤膜过滤, 滤液作为待测溶液。

4 测定

4.1 色谱条件

4.1.1 色谱条件

(1) 进样口温度: 280°C;

(2) 柱箱: 60°C保持 2min, 以 10°C/min 升至 200°C保持 3min, 以 30°C/min 升至 280°C保持 10min;

(3) 柱流量: 1mL/min;

(4) 进样方式: 不分流进样;

(5) 进样量: 1 μ L。

4.1.2 质谱条件

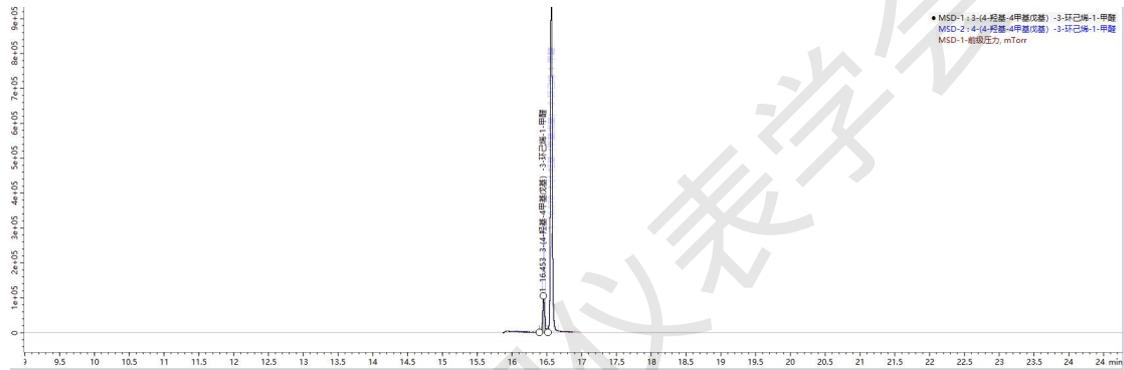
(1) 离子源温度: 230 $^{\circ}$ C;

(2) 传输线温度: 280 $^{\circ}$ C;

(3) 电离方式: 电子轰击源 (EI), 电离能量为 70 eV;

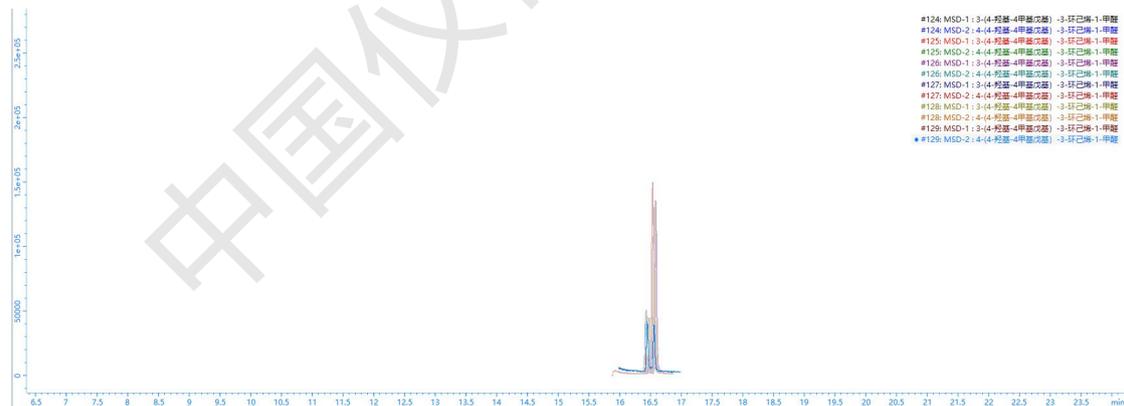
(4) 采集模式: 选择离子扫描, 特征选择离子: 3-(4-羟基-4 甲基戊基) -3-环己烯-1-甲醛: 105 (定量离子)、107、136、163; 4-(4-羟基-4 甲基戊基) -3-环己烯-1-甲醛: 136 (定量离子)、149、177、192。

4.2 标准溶液典型谱图 (V级混合标准溶液)



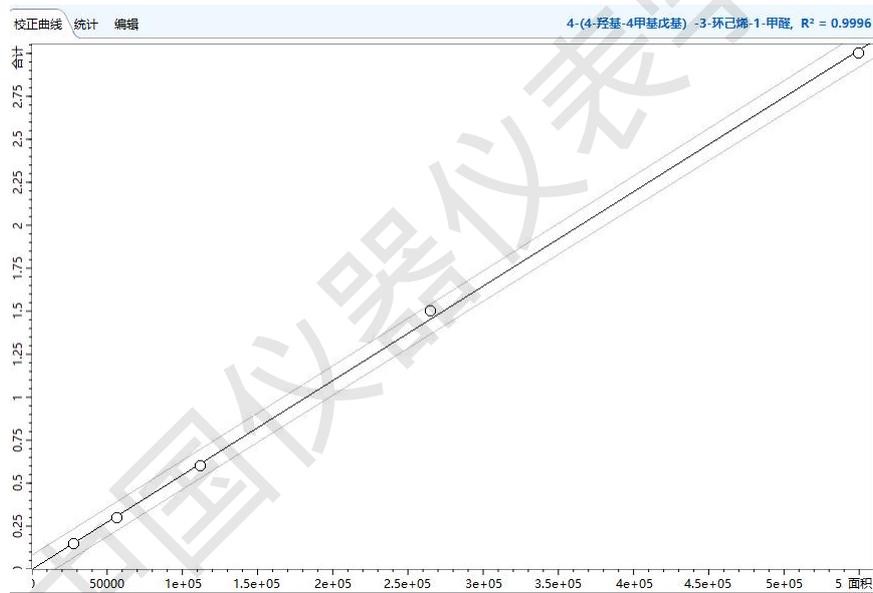
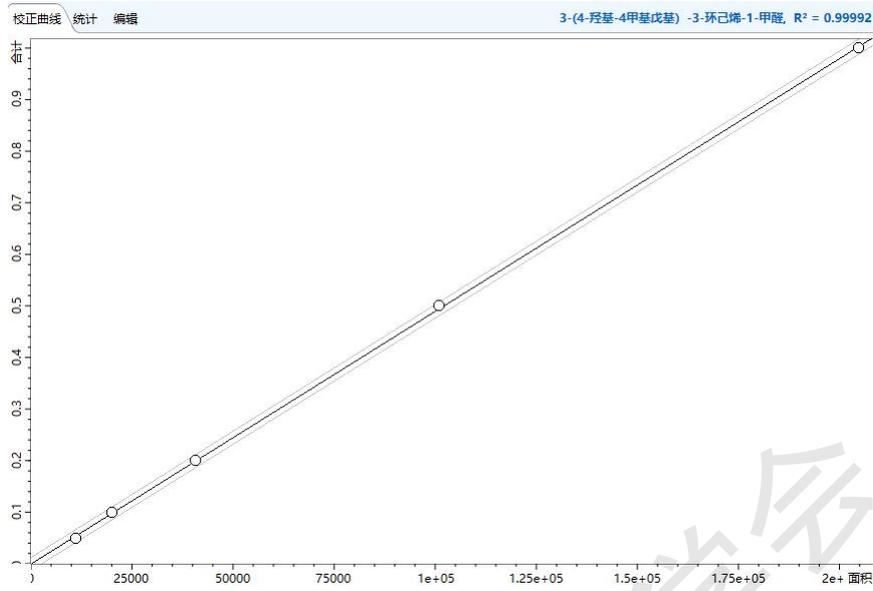
1. 3-(4-羟基-4 甲基戊基) -3-环己烯-1-甲醛 2. 4-(4-羟基-4 甲基戊基) -3-环己烯-1-甲醛

4.3 标准溶液六针重复性结果 (III级混合标准溶液)



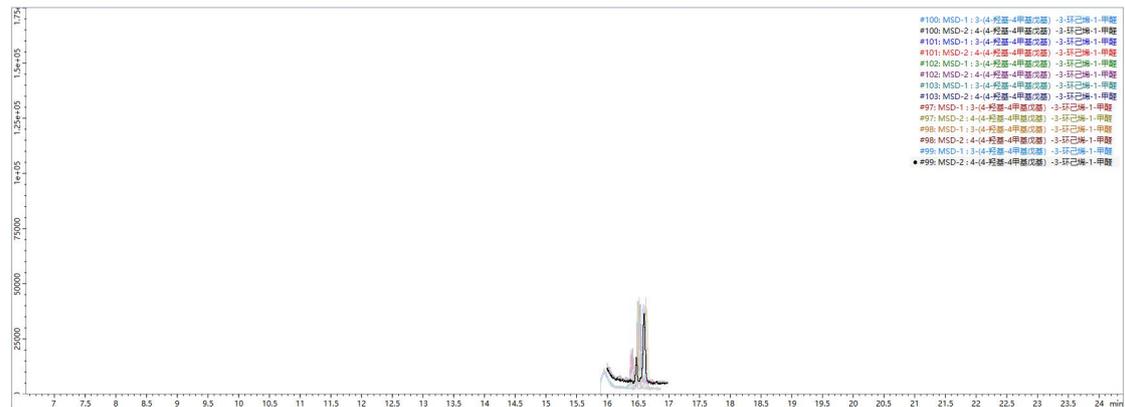
峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积	面积 RSD%	平均峰高	峰高 RSD%	谱图数
1	3-(4-羟基-4 甲	16.454	0.138	29163.982	2.687	14339.585	4.887	6
2	3-(4-羟基-4 甲	16.563	0.151	77238.891	1.690	38017.876	4.450	6

4.4 标准曲线



4.5 检出限

4.5.1 样品加标七针重复性谱图（加标浓度：0.198mg/L 以两种异构体的总量计）



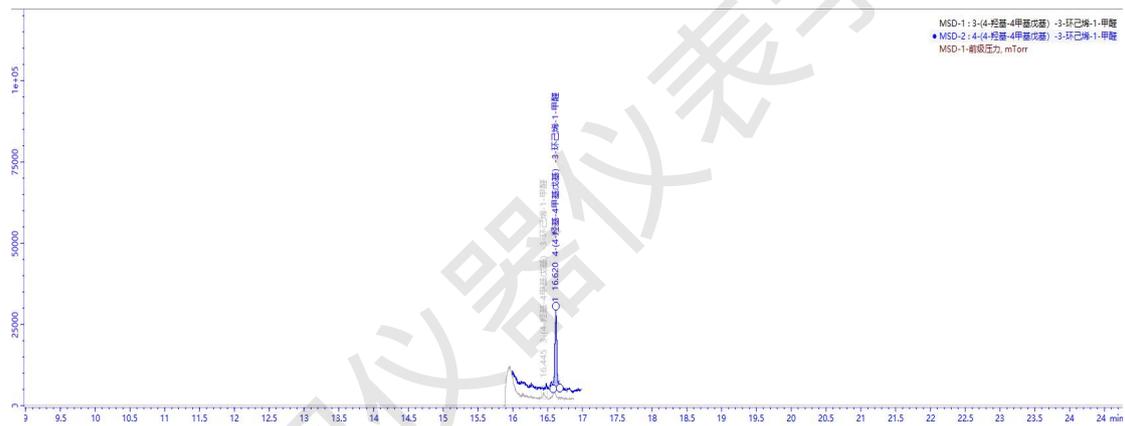
4.5.2 检出限结果

组分名	含量 [mg/kg]	检出限 [mg/kg]	标准要求 检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]						
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲醛	0.297	0.304	0.281	0.266	0.276	0.293	0.289	0.36	1.0	0.90
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲醛	3.045	2.972	2.993	2.961	2.84	2.955	3.172			

注：以称样量 1 g，定容体积 10 mL 计；检出限和定量限均以两种异构体的总量计。

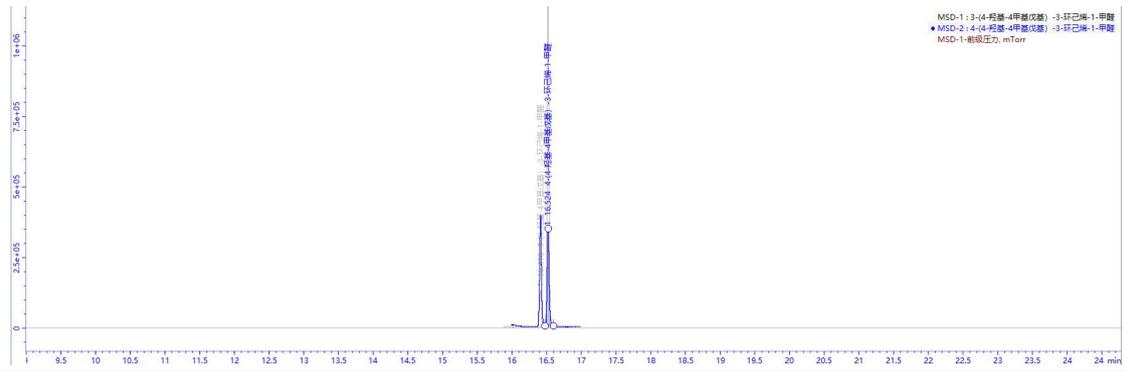
4.6 样品谱图及结果

4.6.1 卸妆水样品谱图及结果



组分名	保留时间[min]	峰面积	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲醛	16.424	3962.227	0.210	0.2170
4-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲醛	16.445	4585.295	0.224	
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲醛	16.599	41768.208	2.484	2.5395
4-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲醛	16.620	47475.705	2.595	

4.6.2 卸妆水样品加标谱图及回收率结果（加标浓度：3.96mg/L 以两种异构体的总量计）



组分名	样品平均含量[mg/kg]	加标量[mg/kg]	测定值[mg/kg]	加标回收率[%]	回收率范围[%]
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲 醛	0.2170	10	10.077	98.60	98.60-100.52
			10.269	100.52	
			10.238	100.21	
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲 醛	2.5395	30	32.489	99.83	99.19-104.10
			33.770	104.10	
			32.296	99.19	

5 实验结果

组分名	保留时间 [min]	峰面积 RSD%	方法评价			
			线性相关 系数	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]	加标回收率范围 %
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲 醛	16.453	2.69	0.999	0.36	0.90	98.60-100.52
3-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯-1-甲 醛	16.570	1.69	0.999			99.19-104.10