

# 化妆品中八甲基环四硅氧烷（D4）和 十甲基环五硅氧烷（D5）的测定 气相色谱法

陈青青

（浙江福立分析仪器股份有限公司，浙江省温岭市 317500）

**摘要：**试样经甲醇分散、正己烷提取后，用气相色谱仪测定，以保留时间定性，外标法定量，必要时，以气相色谱-质谱法确证。

**关键词：**气相色谱法；检测方法；八甲基环四硅氧烷；十甲基环五硅氧烷

## 1 检测方法

参照 GB/T 40955-2021《化妆品中八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）的测定 气相色谱法》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 甲醇：色谱纯。

2.1.2 正己烷：色谱纯。

2.1.3 标准物质：八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）纯度均大于或等于95%。

### 2.2 仪器设备

2.2.1 GC9720Plus 气相色谱仪，附宽量程氢火焰检测器（FID）

2.2.2 色谱柱：RBX-1701/30m\*0.25mm\*0.25 $\mu$ 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 0.0561 g 八甲基环四硅氧烷（D4）和 0.0595 g 十甲基环五硅氧烷（D5）标准

---

物质于 50 mL 容量瓶中，用正己烷定容，混匀。

### 3.1.2 混合标准工作溶液

#### 3.1.2.1 I级混合标准溶液

准确移取 100  $\mu\text{L}$  标准储备液（3.1.1）于样品瓶中，加入 900  $\mu\text{L}$  正己烷，摇匀，配成八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）浓度分别为 112.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、119.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的I级混合标准溶液。

#### 3.1.2.2 II级混合标准溶液

准确移取 500  $\mu\text{L}$  I级混合标准溶液（3.1.2.1）于样品瓶中，加入 500  $\mu\text{L}$  正己烷，摇匀，配成八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）浓度分别为 56.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、59.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的II级混合标准溶液。

#### 3.1.2.3 III级混合标准溶液

准确移取 400  $\mu\text{L}$  II级混合标准溶液（3.1.2.2）于样品瓶中，加入 600  $\mu\text{L}$  正己烷，摇匀，配成八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）浓度分别为 22.44  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、23.8  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的III级混合标准溶液。

#### 3.1.2.4 IV级混合标准溶液

准确移取 250  $\mu\text{L}$  III级混合标准溶液（3.1.2.3）于样品瓶中，加入 750  $\mu\text{L}$  正己烷，摇匀，配成八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）浓度分别为 5.61  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.95  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的IV级混合标准溶液。

#### 3.1.2.5 V级混合标准溶液

准确移取 200  $\mu\text{L}$  IV级混合标准溶液（3.1.2.4）于样品瓶中，加入 800  $\mu\text{L}$  正己烷，摇匀，配成八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）浓度分别为 1.122  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.19  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的V级混合标准溶液。

#### 3.1.2.6 VI级混合标准溶液

准确移取 500  $\mu\text{L}$  V级混合标准溶液（3.1.2.5）于样品瓶中，加入 500  $\mu\text{L}$  正己烷，摇匀，配成八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）浓度分别为 0.561  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.595  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的VI级混合标准溶液。

## 3.2 试样的制备

### 3.2.1 试样萃取

称取样品 0.5 g（精确至 0.001 g）于 20 mL 顶空瓶中，加入 0.5 mL 甲醇涡旋分散后，超声 5 min，分两次加入 8 mL 正己烷，每次 4 mL，超声 5 min 并涡旋 3 min，以 5000 r/min

离心 3 min 后，取上清液转移至 10 mL 容量瓶中，合并两次上层清液，并用正己烷定容至刻度，涡旋混匀，经 0.22  $\mu\text{m}$  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

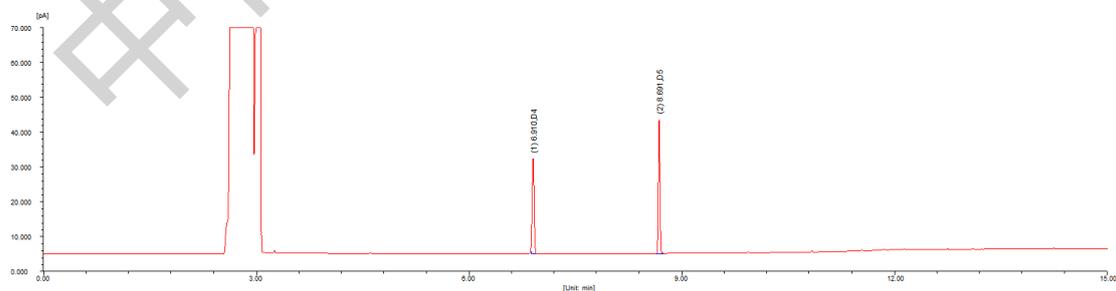
- (1) 进样口温度：250°C；
- (2) 柱箱：50°C 保持 1min，以 10°C/min 升至 100°C，以 30°C/min 升至 255°C，保持 30min；
- (3) 检测器温度：260°C；
- (4) 柱流量：1mL/min；
- (5) 进样方式：分流进样；分流比 5：1；
- (6) 进样量：1  $\mu\text{L}$ 。

#### 4.1.2 色谱条件 2

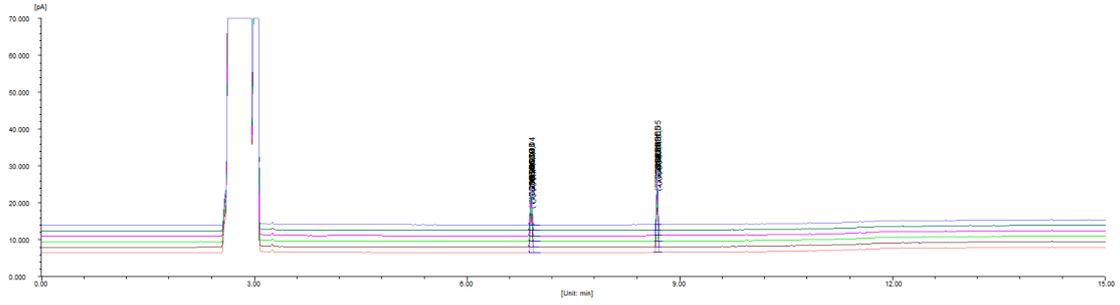
- (1) 进样口温度：250°C；
- (2) 柱箱：50°C 保持 1min，以 5°C/min 升至 120°C，以 30°C/min 升至 255°C，保持 30min；
- (3) 检测器温度：260°C；
- (4) 柱流量：1mL/min；
- (5) 进样方式：分流进样；分流比 5：1；
- (6) 进样量：1  $\mu\text{L}$ 。

注：卸妆水、面霜、洗发水均采用色谱条件 1 分析；由于乳液对 D4 和 D5 存在干扰，采用色谱条件 2 分析。

### 4.2 标准溶液典型谱图（II级混合标准溶液）

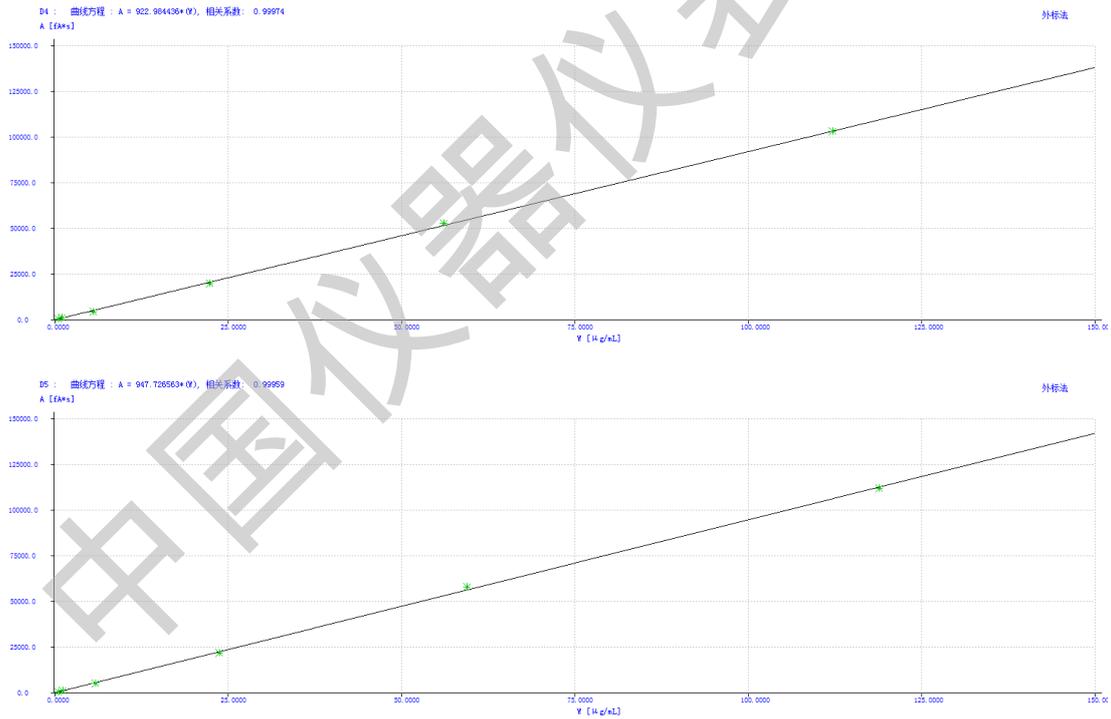


### 4.3 标准溶液六针重复性谱图及结果 (III级混合标准溶液)



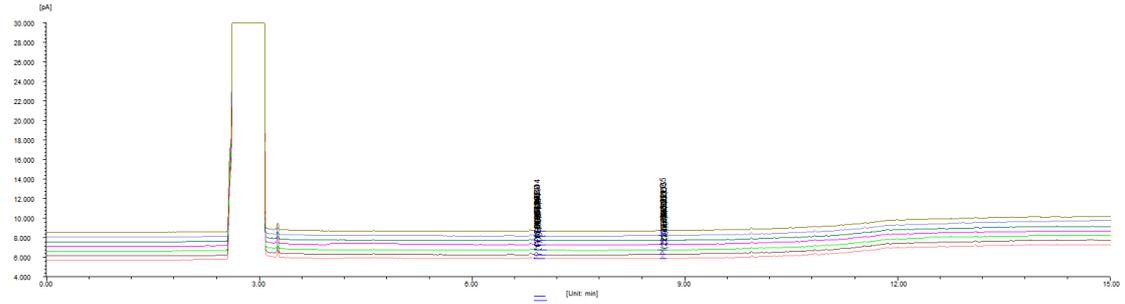
峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	谱图数
1	D4	6.910	0.009	20235.1	0.3867	10472.8	0.4397	6
2	D5	8.691	0.006	22626.7	0.4070	14993.6	0.5716	6

### 4.4 标准曲线



### 4.5 检出限

#### 4.5.1 标准溶液七针重复性谱图 (VI级混合标准溶液)



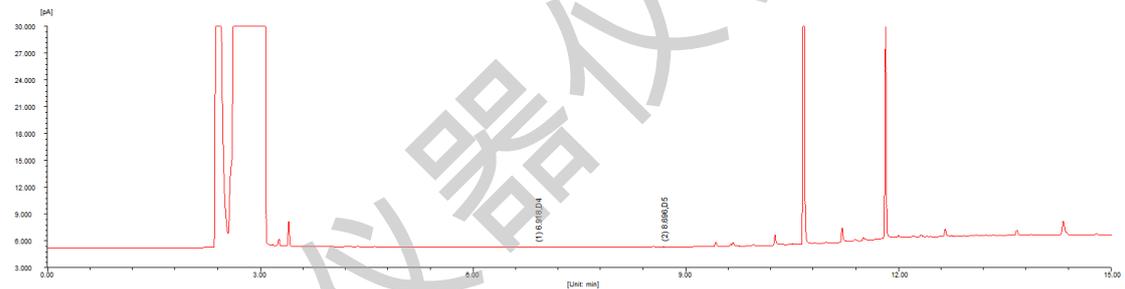
#### 4.5.1 检出限结果

组分名	含量 [ $\mu\text{g/mL}$ ]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]						
D4	0.7293	0.7276	0.7257	0.7278	0.7336	0.7358	0.7413	0.35	1.0
D5	0.6794	0.6853	0.6779	0.6852	0.6700	0.6843	0.6761	0.36	1.1

注：以称样量 0.5 g，定容体积 10 mL 计。

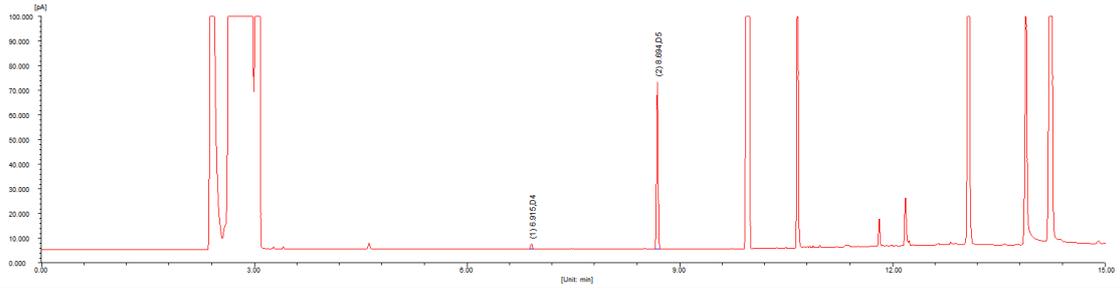
#### 4.6 样品谱图及结果

##### 4.6.1 卸妆水样品谱图及结果



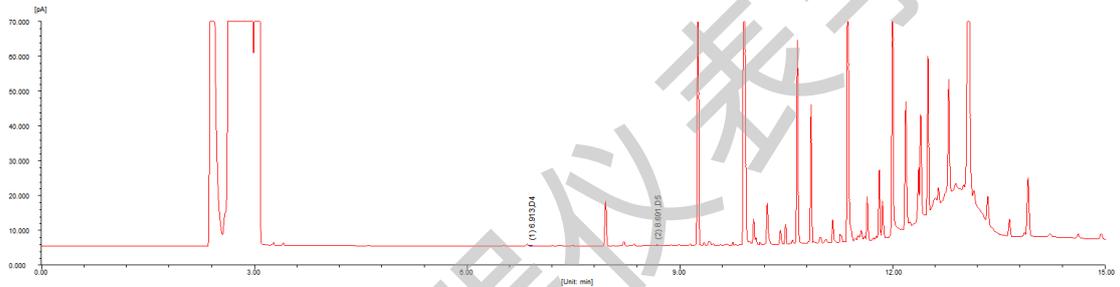
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
D4	6.918	31.9	0.6697	0.6779
	6.913	32.2	0.6861	
D5	8.696	52.7	1.0795	1.1035
	8.692	54.4	1.1276	

##### 4.6.2 面霜样品谱图及结果



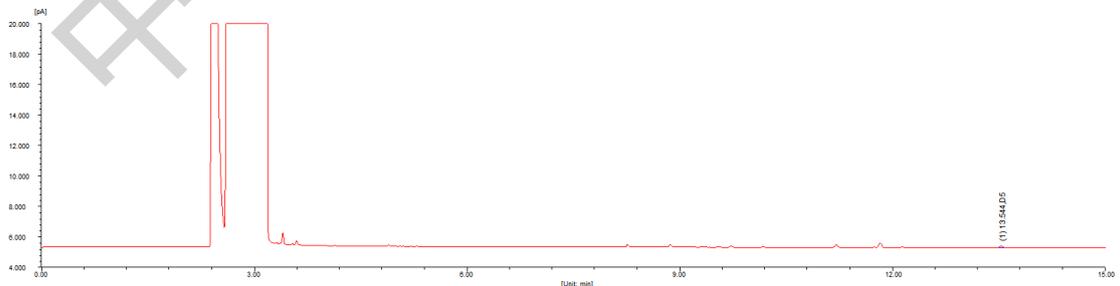
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
D4	6.915	4154.4	92.6712	93.7913
	6.915	4462.4	94.9115	
D5	8.693	97263.2	2112.9893	2129.7250
	8.694	103625.1	2146.4607	

#### 4.6.3 洗发水样品谱图及结果



组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
D4	6.913	594.0	13.1290	13.0994
	6.910	608.4	13.0698	
D5	8.691	481.2	10.3582	10.3461
	8.690	493.9	10.3340	

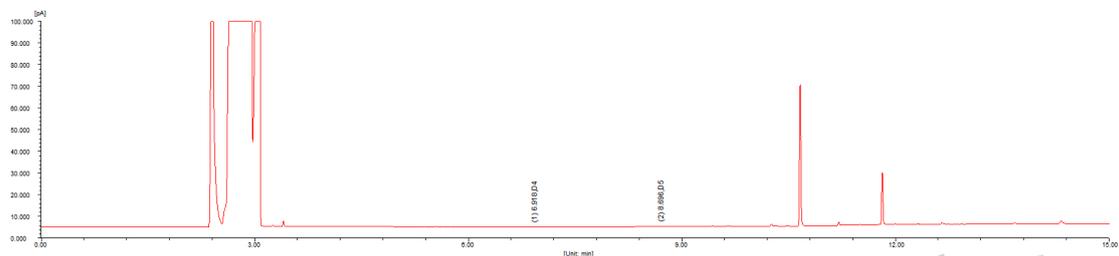
#### 4.6.4 乳液样品谱图及结果



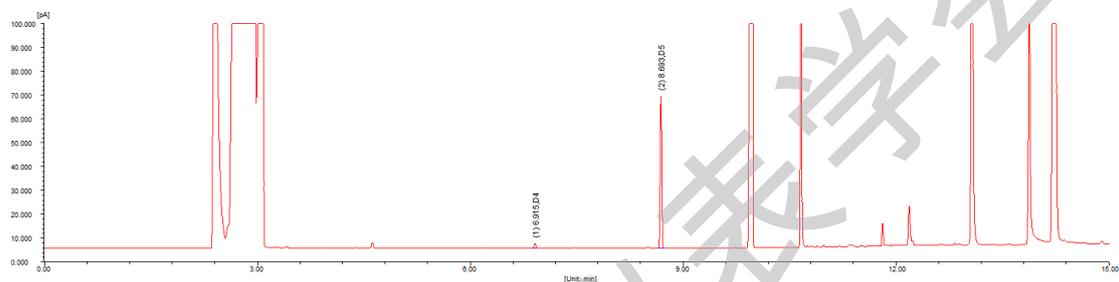
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
D5	13.544	393.8	7.2127	7.3230
	13.539	387.6	7.4334	

## 4.7 样品加标谱图及回收率数据汇总

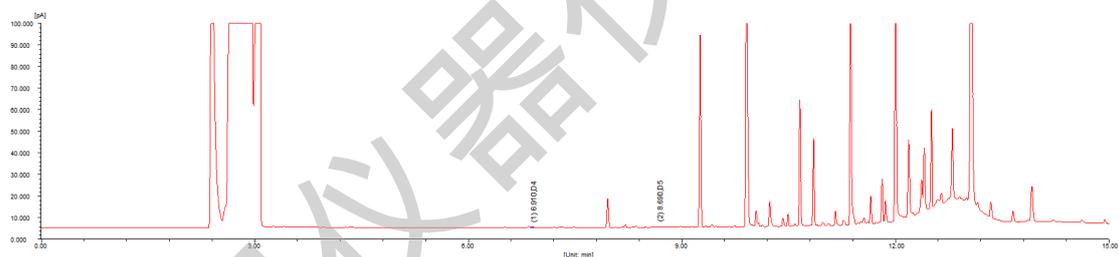
### 4.7.1 卸妆水样品加标谱图 (D4: 0.561 $\mu\text{g/mL}$ , D5: 0.595 $\mu\text{g/mL}$ )



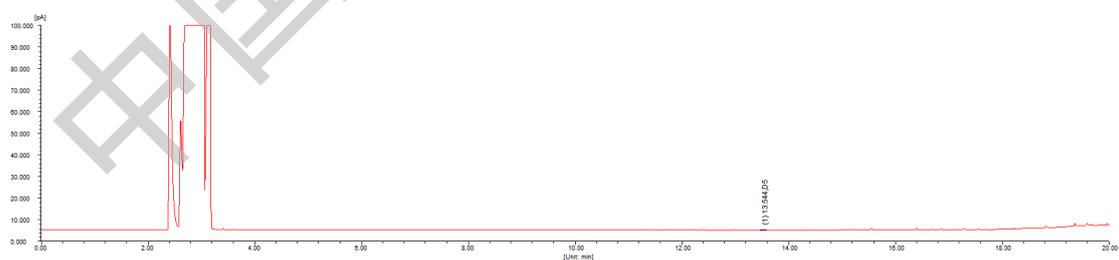
### 4.7.2 面霜样品加标谱图 (D4: 56.1 $\mu\text{g/mL}$ , D5: 59.5 $\mu\text{g/mL}$ )



### 4.7.3 洗发水样品加标谱图 (D4: 56.1 $\mu\text{g/mL}$ , D5: 59.5 $\mu\text{g/mL}$ )



### 4.7.4 乳液样品加标谱图 (D4: 0.561 $\mu\text{g/mL}$ , D5: 0.595 $\mu\text{g/mL}$ )



### 4.7.5 回收率数据汇总表

样品种类	样品中平均含量[mg/kg]		加标量 [mg/kg]	测定值 (mg/kg)	加标回收率 (%)	加标回收率范围 (%)
卸妆水	D4	0.6779	11.22	10.0299	83.35	82.17-84.43

				9.8972	82.17	
				10.1508	84.43	
				11.7787	89.71	
				11.6284	88.44	
				12.0061	91.62	
面霜	D4	93.7913	1122	1354.8578	112.39	109.34-112.39
				1350.1824	111.98	
				1320.6448	109.34	
	D5	2129.7250	1190	3466.0273	112.29	112.29-113.80
				3483.9258	113.80	
				3476.1545	113.14	
洗发水	D4	13.0994	1122	1139.8342	100.42	100.42-104.83
				1188.8943	104.79	
				1189.2762	104.83	
	D5	10.3461	1190	1213.3716	101.09	101.09-105.74
				1268.6176	105.74	
				1256.0610	104.68	
乳液	D4	未检出	11.22	10.7799	96.08	96.08-97.98
				10.9935	97.98	
				10.9056	97.20	
	D5	7.3230	11.90	20.7396	111.67	83.99-111.67
				17.4277	83.99	
				18.2009	94.41	

## 5 实验结果

方法评价						
组分名	保留时间 /min	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)	峰面积 RSD%	线性相关系 数	加标回收率%

---

D4	6.912	0.35	1.0	0.39	0.999	82.17-112.39
D5	8.692	0.36	1.1	0.41	0.999	83.99-113.80

中国仪器仪表学会