

气相色谱-质谱法测定化妆品中八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）

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-质谱法；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

3.1.1 甲醇：色谱纯。

3.1.2 正己烷：色谱纯。

3.1.3 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

3.2.1 S900 GC-MSD

3.2.2 色谱柱：RBX-1701/30m*0.25mm*0.25 μ m

3.2.3 分析天平

3.2.4 涡旋振荡器

3.2.5 超声波清洗仪

3.2.6 离心机

3.2.7 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 0.0533 g 八甲基环四硅氧烷（D4）和 0.0602 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 μL 标准储备液（3.1.1）于样品瓶中，加入 900 μL 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 106.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、120.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 μL I级混合标准溶液（3.1.2.1）于样品瓶中，加入 500 μL 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 53.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、60.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 μL II级混合标准溶液（3.1.2.2）于样品瓶中，加入 600 μL 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 21.32 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、24.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 μL III级混合标准溶液（3.1.2.3）于样品瓶中，加入 750 μL 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 5.33 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、6.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 μL IV级混合标准溶液（3.1.2.4）于样品瓶中，加入 800 μL 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 1.066 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.204 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 μL V级混合标准溶液（3.1.2.5）于样品瓶中，加入 500 μL 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 0.533 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.602 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 μm 有机滤膜过滤，滤液作为待测溶液。

4 测定

4.1 色谱条件

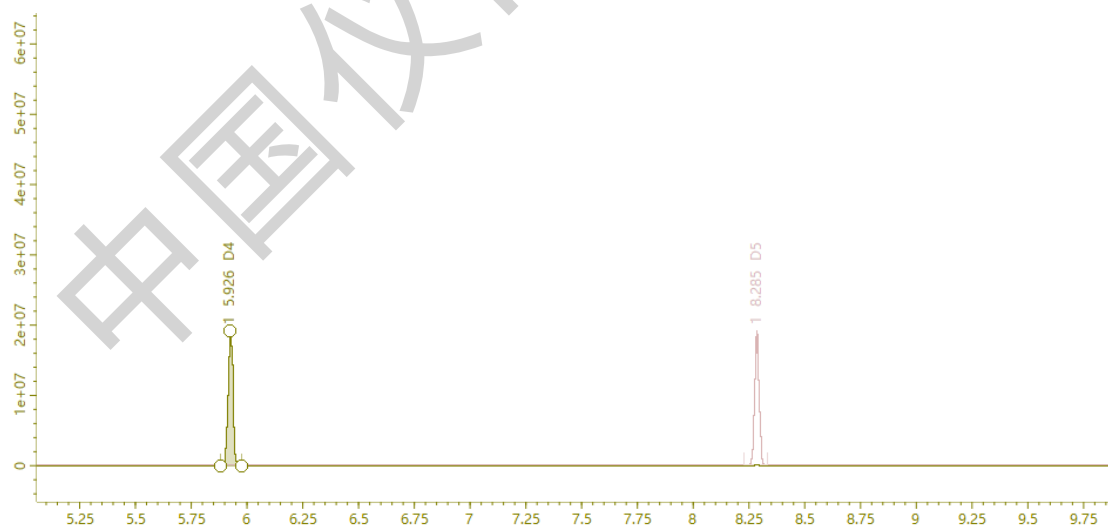
4.1.1 色谱条件

- (1) 进样口温度：250°C；
- (2) 柱箱：50°C 保持 1min，以 10°C/min 升至 140°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 μL 。

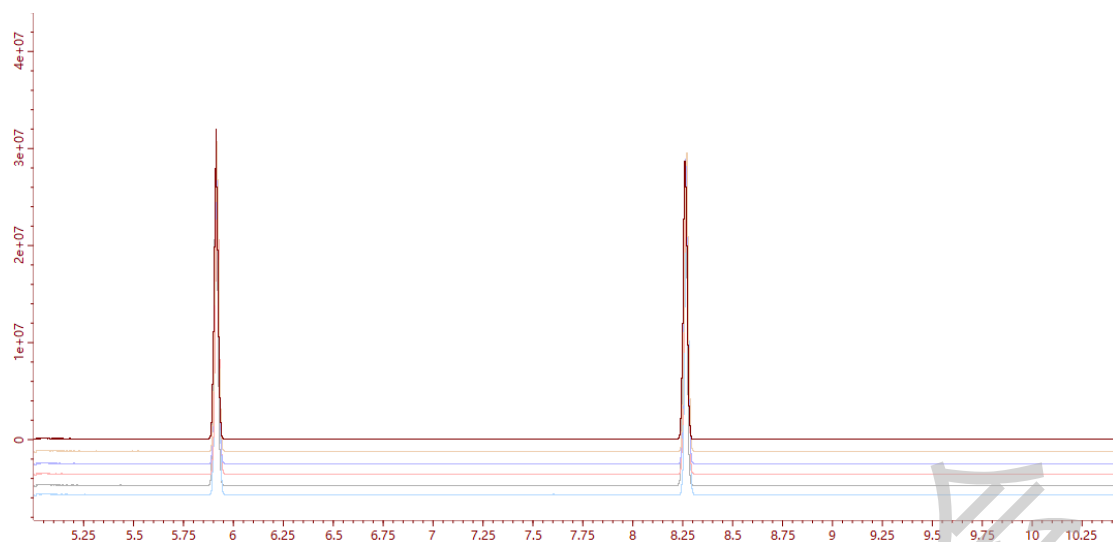
4.1.2 质谱条件

- (1) 离子源温度：230°C；
- (2) 传输线温度：250°C；
- (3) 电离方式：电子轰击源（EI），电离能量为 70 eV；
- (4) 采集模式：全扫描（scan），质量数 50-500 m/z。

4.2 标准溶液典型谱图（II级混合标准溶液）

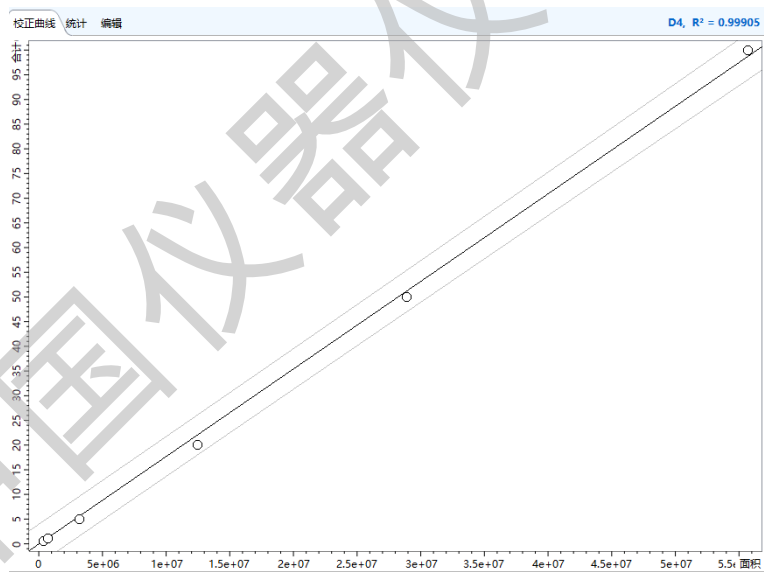


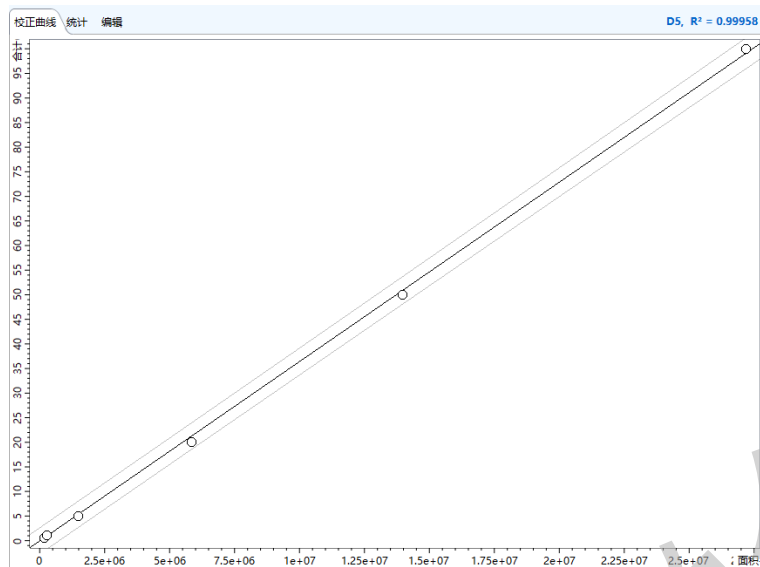
4.3 标准溶液六针重复性谱图及结果（III级混合标准溶液）



峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [mV*s]	面积 RSD%	平均峰高 [mV]	峰高 RSD%	谱图数
1	D4	5.918	0.084	16182577.491	2.605	12297531.855	8.424	6
2	D5	8.267	0.048	7154365.219	2.879	5376318.250	7.830	6

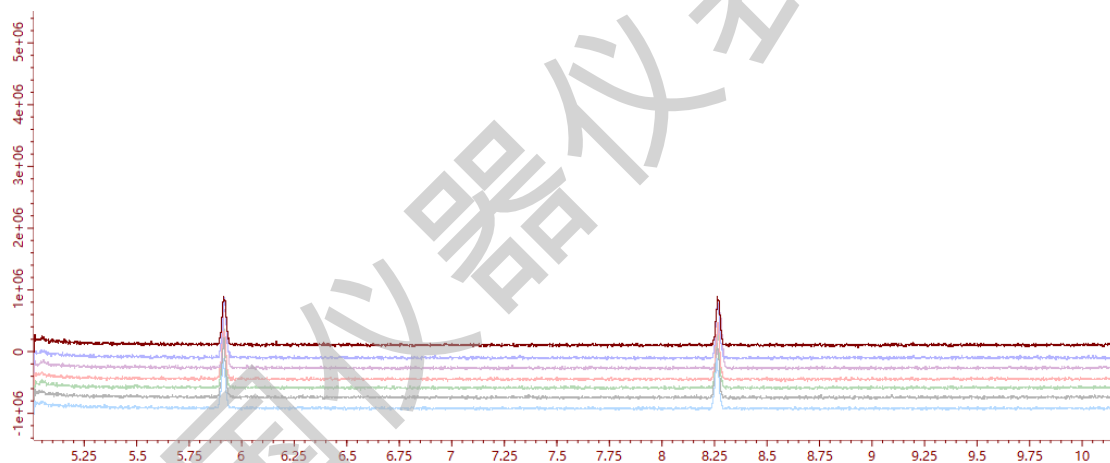
4.4 标准曲线





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）



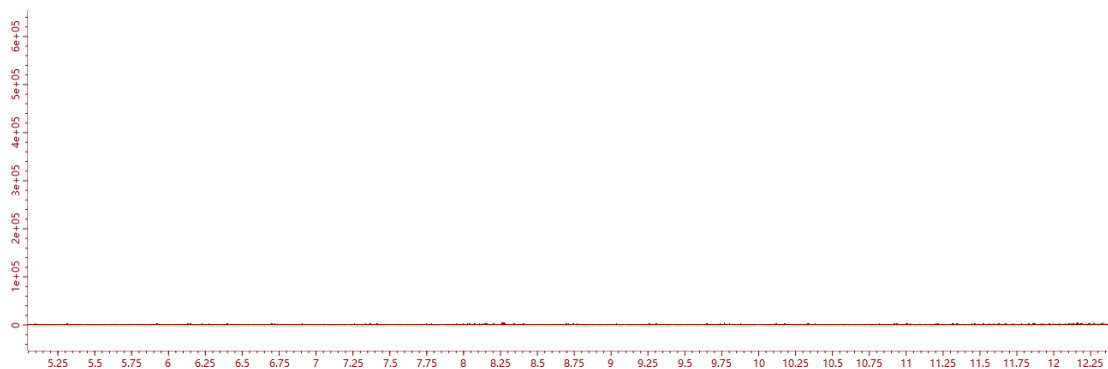
4.5.2 检出限结果

组分名	含量 [mg/kg]	含量 [mg/kg]	含量 [mg/kg]	含量 [mg/kg]	含量 [mg/kg]	含量 [mg/kg]	含量 [mg/kg]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]
D4	15.884	14.902	14.932	14.924	15.078	15.121	14.875	1.12	2.80
D5	13.420	13.439	13.688	12.929	13.392	14.074	12.514	1.59	3.97

注：以称样量 0.5 g，定容体积 10 mL 计。

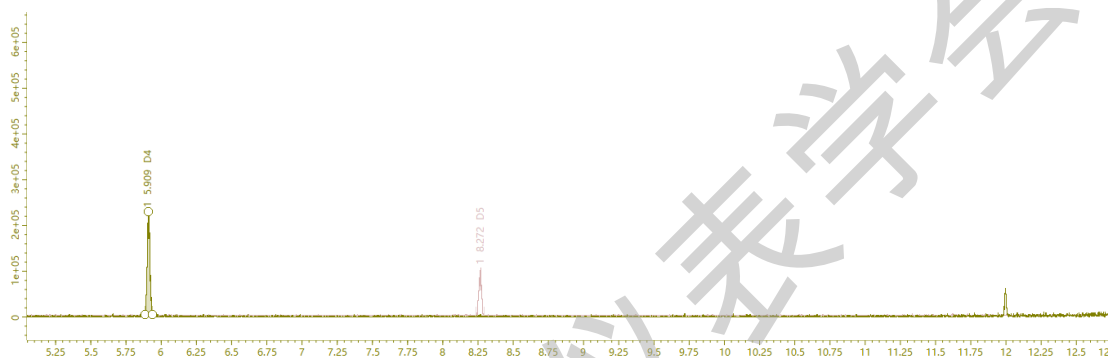
4.6 样品谱图及结果

4.6.1 爽肤水样品谱图及结果



爽肤水中 D4 和 D5 均未检出

4.6.2 洗发水样品谱图及结果



组分名	保留时间[min]	峰面积[mV*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
D4	5.909	287283.235	10.007	10.2455
	5.918	300974.863	10.484	
D5	8.272	129672.458	9.288	9.4285
	8.273	133595.190	9.569	

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
D4	5.926	1.12	2.80	2.61	0.999
D5	8.285	1.59	3.97	2.88	0.999