

# 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

## 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<sup>[1]</sup>。《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<sup>[1-2]</sup>。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

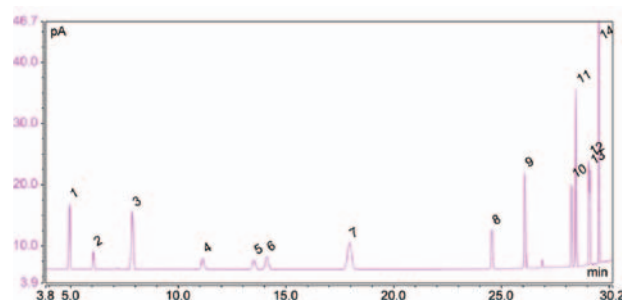


图 1. 15 种挥发性有机物的标准溶液色谱图

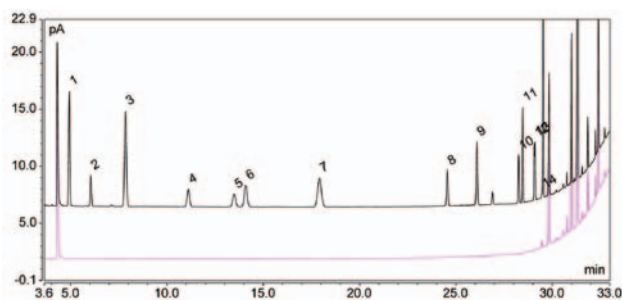


图 2. 样品及样品加标色谱图

## 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分检出限，各组分检出限在 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	R <sup>2</sup> /%	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].

[www.thermoScientific.com](http://www.thermoScientific.com)

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. ISO is a trademark of the International Standards Organization. All other trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries. This information is presented as an example of the capabilities of Thermo Fisher Scientific Inc. products. It is not intended to encourage use of these products in any manners that might infringe the intellectual property rights of others. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.



Thermo Fisher  
Scientific, Austin, TX  
USA is ISO 9001:2008 Certified.

上海  
上海浦东  
新金桥路 27 号 6 号楼

成都  
成都市武侯区临江西路 1 号  
锦江国际大厦 1406

北京  
北京东城区安定门东大街 28 号  
雍和大厦西楼 F 楼 7 层

沈阳  
沈阳市沈河区惠工街 10 号  
卓越大厦 3109 室

广州  
广州市东风中路 410-412 号  
时代地产中心 3001-04 室

西安  
西安市高新区科技路 38 号  
林凯国际大厦 1006-08 单元

服务热线  
800 810 5118  
400 650 5118

AN\_C\_GC-9

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC