

化妆品中丙烯腈的测定 气相色谱-质谱法

(根据中华人民共和国国家标准 GB/T29672-2013)

一、原理

丙烯腈是一种无色的刺激性气味液体，易燃，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高温易引起燃烧，并放出有毒气体。与氧化剂、强酸、强碱、胺类、溴反应剧烈。在火场高温下，能发生聚合放热，使容器破裂。

试样经溶剂提取，离心过滤后，经固相萃取净化，用气相色谱-质谱法测定，外标法定量。

二、使用试剂

1. 甲醇
2. 四氢呋喃
3. 丙烯腈标准物质
4. 无水硫酸钠：经 650°C 灼烧 4h 后置于干燥器中
5. 丙烯腈标准储备溶液：准确称取适量丙烯腈标准物质（精确至 0.0001g），以甲醇配制浓度为 1000ug/ml 的标准储备溶液，于 4°C 避光保存，可使用三个月。
6. 10% 甲醇水溶液：准确量取 10ml 甲醇和 90ml 水，混匀后备用。
7. 20% 甲醇水溶液：准确量取 20ml 甲醇和 80ml 水，混匀后备用。
8. 80% 甲醇水溶液：准确量取 80ml 甲醇和 20ml 水，混匀后备用。

三、使用仪器

1. 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击电离离子源
2. 分析天平
3. 离心机：转速不低于 5000r/min
4. 超声波水浴
5. 固相萃取装置
6. 氮吹仪
7. 旋转蒸发仪
8. 鸡心瓶：50ml
9. 具塞锥形瓶：50ml
10. 具塞塑料离心管：50ml
11. 微孔滤膜：0.45um，有机相
12. 固相萃取柱

四、分析步骤

1. 样品处理

(1) 提取

A.膏霜、水剂、散粉、香波类样品

称取 0.5g (精确至 0.001g) 试样于 50ml 具塞锥形瓶中, 加入 20ml 甲醇, 超声提取 20min, 将上述提取液转移至离心管中用离心机不低于 5000r/min 离心 15min, 取上清液, 用旋转蒸发仪浓缩至近干, 再以 2x1ml 10%甲醇水溶液冲洗鸡心瓶, 合并冲洗液作为待净化液。

B.唇膏类样品

称取 0.5g (精确至 0.001g) 试样于 50ml 具塞锥形瓶中, 加入 20ml 甲醇和 0.5ml 四氢呋喃, 超声提取 20min, 将上述提取液移入离心管中以不低于 5000r/min 离心 15min, 取上清液, 用旋转蒸发仪浓缩至近干, 再以 2x1ml 10%甲醇水溶液冲洗鸡心瓶, 合并冲洗液作为待净化液。

(2)净化

将提取的待净化液转移到索氏多联抽提装置中, 用 1ml 20%甲醇水溶液淋洗, 抽至近干后, 用 3ml 80%甲醇水溶液洗脱。收集洗脱液, 加入无水硫酸钠脱水, 氮气吹干至 1ml, 过微孔滤膜, 滤液作为待测样液。

2. 测定条件

气相色谱-质谱测定的参考条件:

- (1) 色谱柱: HP-INNOWax 石英毛细管柱, 60mX0.25mmX0.5um, 或相当者
- (2) 载气: 氦气, 纯度 $\geq 99.999\%$; 流速 1.2ml/min
- (3) 程序升温: 60℃保持 3min, 以 4℃/min 升温至 100℃, 保持 2min, 再以 20℃/min 升温至 220℃
- (4) 传输线温度: 250℃
- (5) 进样口温度: 200℃
- (6) 进样方式: 分流进样, 10:1
- (7) 进样量: 2uL
- (8) 电离方式: 电子轰击电离
- (9) 电力能量: 70eV
- (10) 扫描方式: 选择离子扫描, 特征选择离子及丰度比

3. 标准曲线的绘制

用甲醇将丙烯腈标准储备溶液逐级稀释得到浓度为 0.2ug/ml、0.4ug/ml、1.0ug/ml、2.0ug/ml、4.0ug/ml 的标准工作溶液, 按 2 的测定条件浓度由低到高金样测定。

五、计算结果

结果按式(1)计算,计算结果保留两位小数,计算结果应扣除空白值:

$$w=\frac{c\times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w ——试样中丙烯腈的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——从标准工作曲线上查出的样液中丙烯腈的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

六、检出限和定量限

丙烯腈的检出限 0.2mg/kg, 定量限 0.4mg/kg