

化妆水中多环芳烃的测定 GB/T 29670-2013

1、适用范围

适用于乳液、膏状、霜类、粉状、水类等化妆品中萘、苯并[a]蒽、苯并[k]荧蒽、苯并[e]芘、苯并[a]芘、二苯并[a, h]蒽等 9 种多环芳烃的气相色谱-质谱测定方法。（本实验选用样品为化妆水）

参考标准：《GB/T 29670-2013 化妆品中萘、苯并[a]蒽等 9 种多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：将混标用正己烷溶解并定容至 10mL，浓度为 10 μ g/mL
- 2) 标准工作液：吸取标准储备液 1mL 用正己烷溶解并定容至 10mL，浓度为 1 μ g/mL
- 3) 洗脱剂：取 100mL 正己烷加入 100mL 二氯甲烷，超声混匀待用。

3、提取步骤

称取试样 0.5g（精确至 0.0001g），于 50mL 具塞离心管中，加入 20mL 环己烷，涡旋混匀，超声提取 10min，4000r/min 离心 3min，吸取上清液于另一 50mL 鸡心瓶中，残渣中加入 10mL 环己烷重复提取 2 遍，合并提取液，于 35 $^{\circ}$ C 旋蒸约至 2mL，待净化

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Florisil PR 规格 1000mg/6mL

活化：依次加入 5mL 二氯甲烷、10mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液；

淋洗：5mL 正己烷，收集流出液；

洗脱：15mL 洗脱剂，收集流出液于 50mL 离心管中；

30 $^{\circ}$ C 氮吹至近干，用正己烷溶解残渣定容至 1mL，GC/MS 检测。

5、注意事项

加标水平：0.5g 样中加入 50 μ L 1 μ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.1mg/kg，最终机度数为 50 μ g/L。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编：321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-5MS,30m×0.25mm,0.25μm
进样口温度	280℃
升温程序	初始温度为 50℃, 保持 2min; 20℃/min, 升温至 160℃; 4℃/min, 升温至 235℃, 保持 12min; 5℃/min, 升温至 290℃, 保持 5min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1μL

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70eV
传输线温度	250℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	6min

7、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

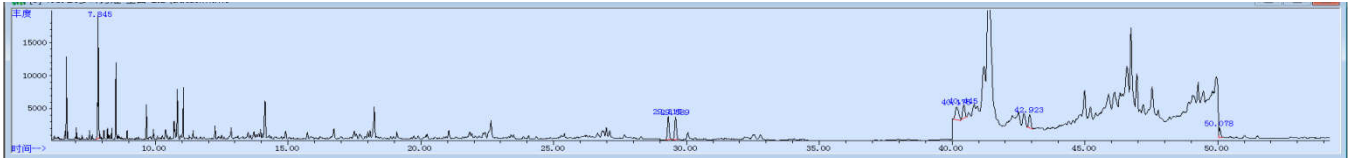


图 1. 对照品 50µg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
萘	7.845	0.027	305406	7.785	7.891
苯并 [a] 蒽	29.315	0.076	165640	29.207	29.435
蒽	29.589	0.076	159375	29.482	29.726
苯并 [b] 荧蒽	40.175	0.144	167081	40.056	40.332
苯并 [k] 荧蒽	40.445	0.102	124561	40.343	40.545
苯并 [a] 芘	42.923	0.087	108528	42.838	43.022
二苯并 [a, h] 蒽	50.078	0.067	56615	50.023	50.161

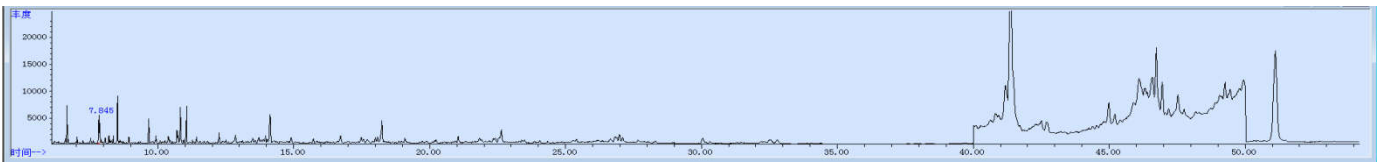


图 2. 化妆水样品空白 图谱

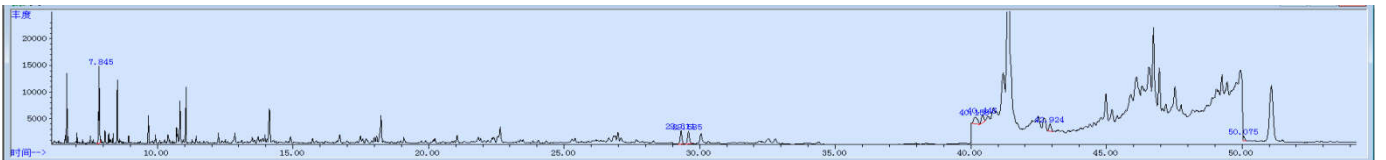


图 3. 样加标 0.1mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
萘	0.1	102%	3.66%
苯并 [a] 蒽		112%	3.08%
蒽		108%	1.01%
苯并 [b] 荧蒽		94%	4.95%
苯并 [k] 荧蒽		94%	4.32%

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

苯并 [a] 芘	108%	3.68%
二苯并 [a, h] 蒽	94%	0.65%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR, 1000mg/6mL, 30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50mL, 50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m × 0.25mm, 0.25μm

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com