



中华人民共和国国家标准

GB/T 30942—2014

化妆品中禁用物质乙二醇甲醚、 乙二醇乙醚及二乙二醇甲醚的测定 气相色谱法

Determination of 2-methoxyethanol, 2-ethoxyethanol and
2-(2-methoxyethoxy) ethanol in cosmetics—Gas chromatography

2014-07-08 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：福建省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：游飞明、林钦、戴明、王征、吴凌、郑小严、黄红霞。



引 言

本标准中的被测物质是我国《化妆品卫生规范》规定的禁用物质,不得作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中。如果技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,则化妆品成品应符合《化妆品卫生规范》对化妆品的一般要求,即在正常及合理的、可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。

目前我们尚未规定这些物质的限量值,本标准的制定,仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。

化妆品中禁用物质乙二醇甲醚、 乙二醇乙醚及二乙二醇甲醚的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的检测方法。

本标准适用于膏霜、乳、液类化妆品中乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的测定。

本标准对乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的检出限为 15 mg/kg,定量限为 50 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用无水乙醇超声提取,气相色谱火焰离子化检测器检测,保留时间定性,外标法定量,气相色谱质谱法确证。

4 试剂和材料

除非另有规定,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 无水乙醇。

4.2 乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的标准品:纯度均不低于 98.5%。3 种乙二醇醚类化合物的别名、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式参见附录 A。

4.3 乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的标准储备液:分别准确称取乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚(4.2)各 0.1 g(精确到 0.000 1 g)于 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇(4.1)定容至刻度,混匀。标准储备溶液浓度为 1.0 mg/mL。冰箱冷藏保存。

4.4 乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的混合标准中间液:分别吸取 5.00 mL 的乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚标准储备液(4.3),置于 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇(4.1)稀释至刻度,混匀。配制三种乙二醇醚类浓度均为 0.1 mg/mL。冰箱冷藏保存。

4.5 乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的混合标准工作溶液:用无水乙醇(4.1)将上述混合标准使用液(4.4)分别配成一系列浓度 5.00 g/mL,10.0 g/mL,20.0 g/mL,50.0 g/mL,100 g/mL 的标准工作溶液,冰箱冷藏保存。

5 仪器

5.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

5.2 气相色谱-质谱(GC-MS)仪:配有电子轰击电离离子源(EI)。

5.3 超声清洗器。

5.4 离心机:转速不低于 10 000 r/min。

5.5 容量瓶:25 mL。

5.6 微孔滤膜:0.45 μm ,有机相。

6 测定步骤

6.1 样品处理

6.1.1 膏霜、乳液类样品

称取 2.0 g~5.0 g(精确至 0.001 g)试样于 25 mL 容量瓶中,加入约 20 mL 无水乙醇(4.1),超声提取 20 min,静置待其冷却到室温,再用无水乙醇(4.1)定容,混匀。取部分溶液转移至具塞离心管中,以不低于 10 000 r/min 离心 5 min,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜,滤液作为待测样液。

6.1.2 液体类样品

称取 5.0 g(精确至 0.001 g)试样于 25 mL 容量瓶中,加入无水乙醇(4.1)至 20 mL 定容,混匀。经 0.45 μm 微孔滤膜,滤液作为待测样液。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱测定条件

气相色谱测定参考条件如下:

- a) 色谱柱:6%氰丙基苯基二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱:30 m $\times$ 0.32 mm(内径) $\times$ 1.8 μm ,或相当者;
- b) 载气:氮气(纯度 99.999%),流速:3.0 mL/min;
- c) 升温程序:45 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min,以 12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 165 $^{\circ}\text{C}$,再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 245 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min;
- d) 进样口温度:200 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测器温度:270 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 进样方式:分流进样,分流比 5:1;
- g) 进样体积:1.0 μL ;
- h) 辅助气:氢气(纯度 99.99%)流量 30 mL/min,空气流量 300 mL/min,尾吹气流量 25 mL/min。

6.2.2 气相色谱-质谱(GC-MS)测定条件

气相色谱-质谱(GC-MS)测定参考条件如下:

- a) 色谱柱:6%氰丙基苯基二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱:30 m $\times$ 0.25 mm(内径) $\times$ 1.4 μm ,或相当者;
- b) 载气:氮气,流速:1.0 mL/min;
- c) 升温程序:60 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min,后以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 250 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min;
- d) 进样口温度:200 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 传输线温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 进样方式:分流进样,分流比 5:1;
- g) 进样体积:1.0 μL ;

- h) 电离方式:EI;
- i) 电离能量:70 eV;
- j) 数据采集方式:选择离子监测(SIM),乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚特征选择离子及丰度比见表 1。

表 1 乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的特征选择离子及丰度比

名 称	特征选择离子及丰度比
乙二醇甲醚	45(100)、31(14.5)、29(13.9)
乙二醇乙醚	31(100)、59(67.8)、72(21.6)
二乙二醇甲醚	45(100)、59(46)、90(14.4)

6.3 标准工作曲线绘制

分别准确吸取标准工作溶液(4.5),按浓度由稀至浓顺序注入气相色谱仪,按测定条件(6.2)进行测定,以目标组分的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。
乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的标准品气相色谱图参见附录 B。

6.4 试样测定

用微量进样器准确吸取 1.0 μL 试样溶液(6.1)注入气相色谱仪,按色谱条件(6.2)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,由色谱峰的峰面积可从标准曲线上求出相应的被测物的浓度。样品溶液中,乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的响应值均应在仪器测定的线性范围内。被测物含量高的试样可取适量试样溶液用无水乙醇稀释后进行测定。

6.5 气相色谱-质谱的结果定性确证

根据 6.4 的测定结果,如果样液与混合标准溶液在相同保留时间有色谱峰出现,则在 6.2.2 仪器条件下,对混合标准工作溶液和样液进行测定。如果检出色谱峰的保留时间与标准物质一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子比与标准物质相对丰度比符合:相对丰度>50%时,允许±10%偏差;相对丰度 20%~50%时,允许±15%偏差;相对丰度 10%~20%时,允许±20%偏差;相对丰度≤10%时,允许±50%偏差;则可定性确证试样中存在被测物质。
乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的特征选择离子参见表 1。
乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的总离子流图参见附录 C。

7 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1\,000} \times 1\,000 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样中某种乙二醇醚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c —— 标准工作曲线中查得的样液中某种乙二醇醚的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- 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)。

计算结果保留三位有效数字。



8 方法检出限与定量限

本标准的检出限和定量限：乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚的检出限均为 15 mg/kg，定量限均为 50 mg/kg。

9 回收率和精密度

在添加浓度 50 mg/kg~10 000 mg/kg 浓度范围内，回收率在 85%~110%之间，相对标准偏差小于 10%。

10 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)

3 种乙二醇醚类化合物的别名、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

表 A.1 3 种乙二醇醚类化合物的别名、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

名称	别名	CAS 号	分子式	相对分子质量	结构式
乙二醇甲醚 (2-methoxyethanol)	2-甲氧基乙醇	109-86-4	$C_3H_8O_2$	76.09	
乙二醇乙醚 (2-ethoxyethanol)	2-乙氧基乙醇	110-80-5	$C_4H_{10}O_2$	90.12	
二乙二醇甲醚 (2-(2-methoxyethoxy)ethanol)	2-(2-甲氧基乙氧基)乙醇	111-77-3	$C_5H_{12}O_3$	102.15	

附 录 B
(资料性附录)

乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、二乙二醇甲醚标准品气相色谱图

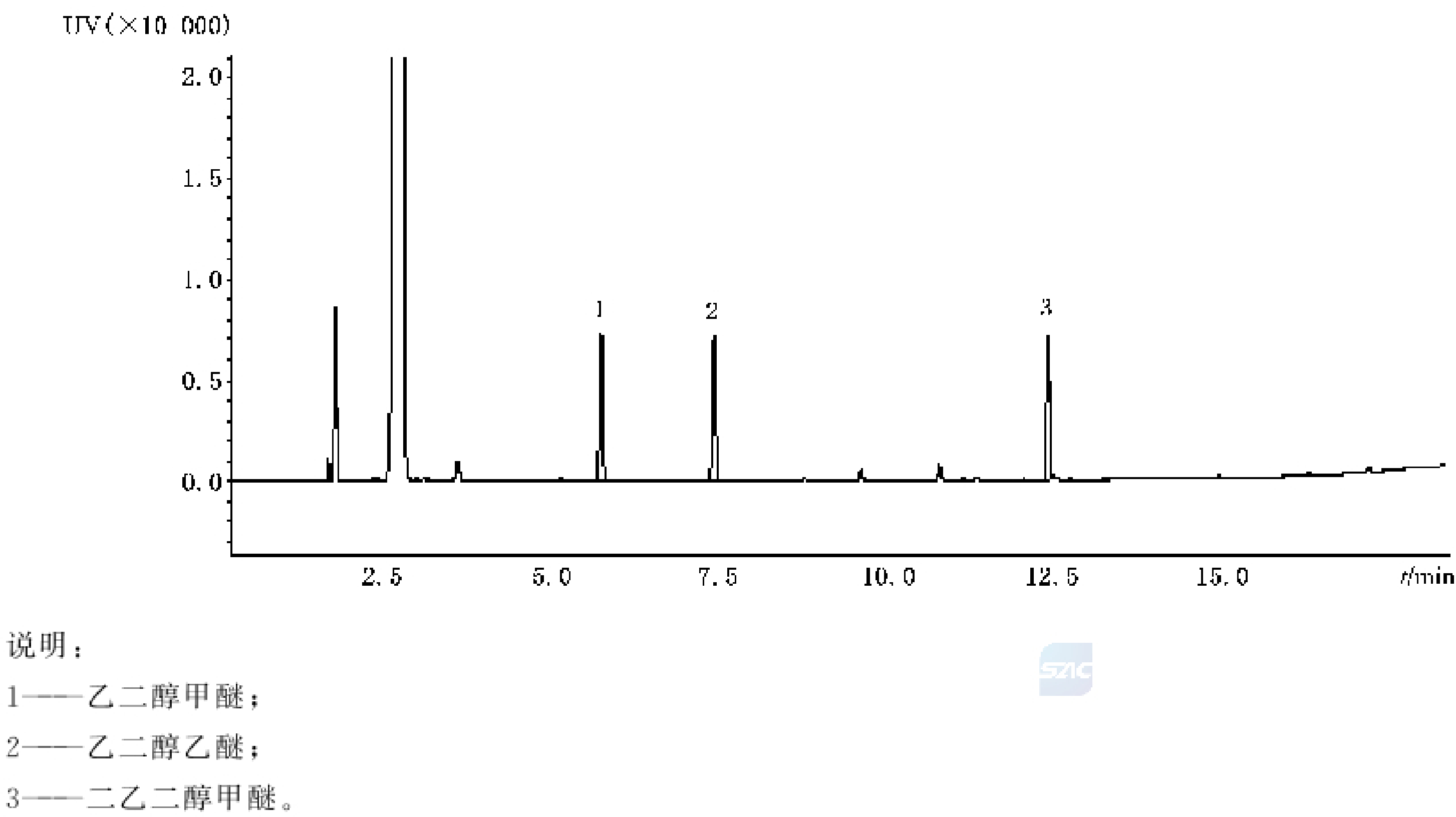
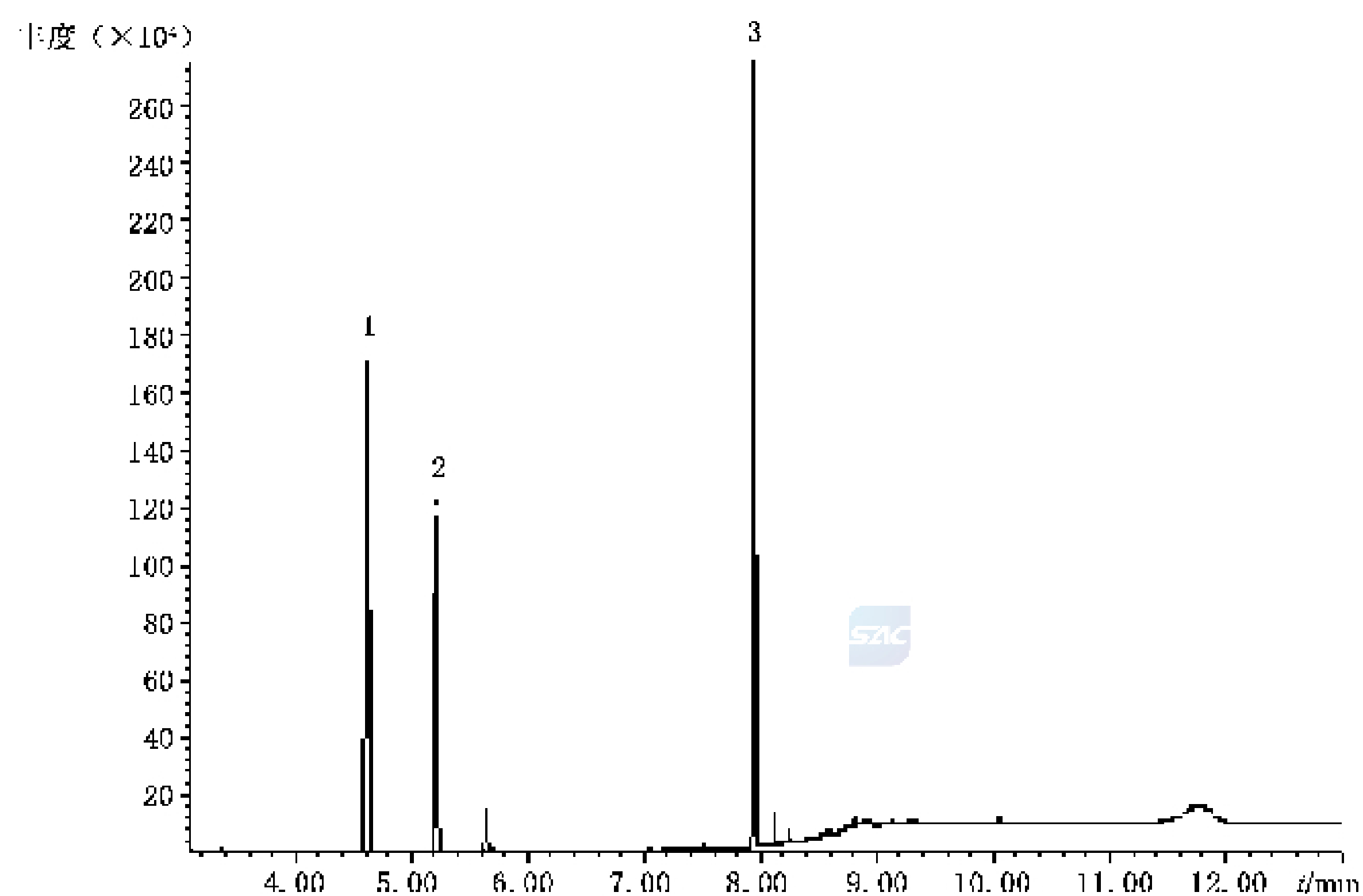


图 B.1 3 种乙二醇醚类化合物标准品的气相色谱图

附录 C
(资料性附录)
标准品的总离子流图



说明:

- 1——乙二醇甲醚;
2——乙二醇乙醚;
3——二乙二醇甲醚。

图 C.1 3 种乙二醇醚类化合物标准品的总离子流(TIC)图