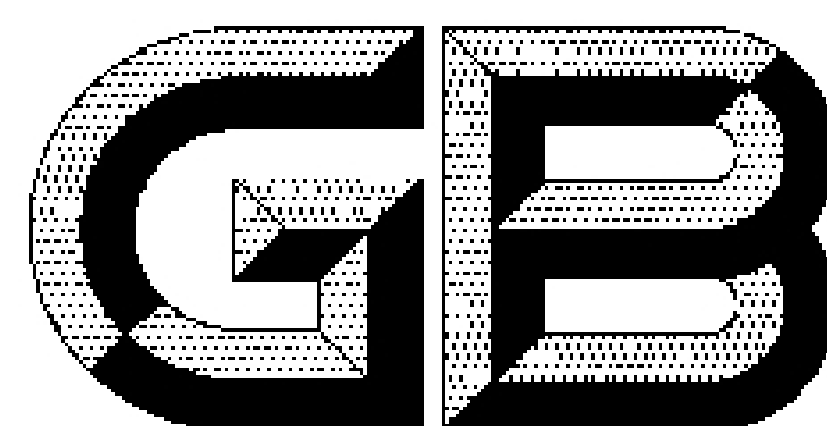




中华人民共和国国家标准

GB/T 35894—2018

化妆品中 10 种禁用二元醇醚及其酯类 化合物的测定 气相色谱-质谱法

Determination of 10 forbidden glycol ethers and esters
in cosmetics—GC-MS

2018-02-06 发布

2018-09-01 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：苏州世谱检测技术有限公司、广东华鑫检测技术有限公司、江苏隆力奇生物科技股份有限公司、广州质量监督检测研究院、上海市日用化学工业研究所(国家香料香精化妆品质量监督检验中心)、完美(中国)有限公司、欧诗漫生物股份有限公司、河北省食品检验研究院、江苏省食品药品监督检验研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、苏州大学、苏州赛分科技有限公司。

本标准主要起草人：车文军、黄金凤、周建青、代丹、廖华勇、沈敏、李晓敏、张丽华、陆小宇、杨安全、郭新东、范素芳、方萍、袁利文、刘园、李海、康薇、王小丹、张征、吴玉璠、张岩、侯向昶、武中平、卢剑、李建祥、黄学英。

引 言

本标准的被测物质是我国《化妆品安全技术规范(2015 版)》规定的禁用物质。

禁用物质是指不能作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中的物质。《化妆品安全技术规范(2015 版)》规定:若技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,应进行安全性风险评估,确保在正常、合理及可预见的使用条件下不得对人体健康产生危害。

目前我国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 10 种禁用二元醇醚及其酯类 化合物的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中乙二醇二甲醚、乙二醇单甲醚、2-甲氧基-1-丙醇、乙二醇单乙醚、2-甲氧基丙醇乙酸酯、乙二醇甲醚乙酸酯、乙二醇单乙醚乙酸酯、二乙二醇二甲醚、二乙二醇单甲醚和三乙二醇二甲醚 10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物的气相色谱-质谱测定方法的试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、回收率和精密度、允许差等内容。

本标准适用于化妆品中 10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物含量的测定。

本标准方法检出限与定量限参见附录 A 中表 A.1。

2 原理

样品经乙酸乙酯-甲醇混合溶剂超声提取，采用气相色谱-质谱联用仪测定，外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯。

- 3.1 乙酸乙酯：色谱纯。
- 3.2 甲醇：色谱纯。
- 3.3 无水硫酸钠。
- 3.4 20%乙酸乙酯甲醇溶液(V/V, 体积比)：量取 200 mL 乙酸乙酯(3.1)与 800 mL 甲醇(3.2)混合。
- 3.5 10 种禁用二元醇醚及其酯类标准样品/物质：纯度不小于 98%。乙二醇二甲醚、乙二醇单甲醚、2-甲氧基-1-丙醇、乙二醇单乙醚、2-甲氧基丙醇乙酸酯、乙二醇甲醚乙酸酯、乙二醇单乙醚乙酸酯、二乙二醇二甲醚、二乙二醇单甲醚和三乙二醇二甲醚的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式参见附录 B 中表 B.1。
- 3.6 标准储备溶液(各为 2 000 mg/L)：准确称取各种标准品(3.5)20 mg(精确至 0.1 mg)，分别置于 10 mL 棕色容量瓶中，用甲醇(3.2)溶解、定容，摇匀。
- 3.7 混合标准储备溶液(100 mg/L)：分别准确移取标准储备溶液(3.6)各 0.5 mL，于 10 mL 棕色容量瓶中，用甲醇(3.2)定容，摇匀。
- 3.8 混合标准工作溶液：准确移取适量的混合标准储备溶液(3.7)，用 20%乙酸乙酯甲醇溶液(3.4)逐级稀释至 0.1 mg/L~10.0 mg/L 的系列混合标准工作溶液，备用。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)：带电子轰击电离源(EI 源)。
- 4.2 漩涡振荡器。
- 4.3 超声波清洗仪。
- 4.4 离心机：转速不低于 10 000 r/min。

4.5 分析天平：感量 0.1 mg。

5 分析步骤

5.1 样品处理

准确称取 0.5 g 非蜡基类试样(精确至 0.001 g)于 15 mL 具塞塑料离心管中,加入 2 mL 乙酸乙酯(3.1),漩涡分散后加入 7 mL 甲醇(3.2),混匀,超声提取 15 min,冷却至室温,用甲醇(3.2)定容至 10 mL。取 3 mL 上清液于离心管中,加入 1 g 无水硫酸钠(3.3),漩涡分散,清液以 10 000 r/min 离心 2 min,经 0.22 μm 滤膜过滤后测定。

蜡基类试样取样量为 0.25 g,其他步骤同非蜡基类样品处理步骤。

5.2 测定

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱-质谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,气相色谱-质谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:VF-WAX 柱,60 m×0.25 mm(i.d.)×0.25 μm,或相当者;
- b) 进样口温度:220 ℃;
- c) 传输线温度:280 ℃;
- d) 进样方式:分流进样,分流比 5 : 1;
- e) 载气:氦气,纯度≥99.999%;控制方式:恒流;流速:1.0 mL/min;
- f) 柱温:初始温度 50 ℃,保持 7 min,以 5 ℃/min 升至 140 ℃,保持 1 min,再以 20 ℃/min 升至 240 ℃,保持 2 min;后处理温度 245 ℃,时间 3 min。
- g) 进样量:1 μL;
- h) 离子源:EI 源;
- i) 电离能量:70 eV;
- j) 四极杆温度:150 ℃;
- k) 离子源温度:230 ℃;
- l) 溶剂延迟时间:7.8 min;
- m) 监测方式:选择离子扫描模式(SIM),监测离子参见附录 C 中表 C.1。

5.3 空白试验

除不称取试样外,均按步骤 5.1 和 5.2 进行。

5.4 定性确证

在 5.2 仪器条件下,试样待测液和标准溶液的选择离子色谱峰在相同保留时间处出现,并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准物质一致,其丰度比与标准溶液相比应符合表 1 规定的范围,可定性确证目标分析物。10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物的保留时间、定性离子和定量离子参见表 C.1。10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 D 中图 D.1。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

5.5 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以混合标准工作溶液(3.8)浓度为横坐标,定量离子峰面积为纵坐标,作标准曲线回归方程,以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

6 结果计算

二元醇醚及其酯类化合物的含量按下式进行计算:

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m}$$

式中:

- X——试样中某种二元醇醚或其酯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - c_i ——试样中某种二元醇醚或其酯峰面积对应的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - c_0 ——空白试样中某种二元醇醚或其酯的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V——试样定容体积,单位为毫升(mL);
 - m——最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。
- 计算结果保留三位有效数字。

7 回收率和精密度

非蜡基试样在添加浓度 2.0 mg/kg~30 mg/kg 范围内,回收率在 80%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

蜡基试样在添加浓度 3.0 mg/kg~60 mg/kg 范围内,回收率在 80%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

8 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。



附 录 A
(资料性附录)
方法检出限与定量限

10 种禁用二元醇醚及其酯类测定方法检出限与定量限参见表 A.1。

表 A.1 10 种禁用二元醇醚及其酯类测定方法检出限与定量限

序号	中文名称	非蜡基化妆品		蜡基化妆品	
		检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
1	乙二醇二甲醚	1.0	3.0	2.0	6.0
2	乙二醇单甲醚	0.6	2.0	1.0	3.0
3	2-甲氧基-1-丙醇	0.6	2.0	1.0	3.0
4	乙二醇单乙醚	0.6	2.0	1.0	3.0
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	0.6	2.0	1.0	3.0
6	乙二醇甲醚乙酸酯	0.6	2.0	1.0	3.0
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	0.6	2.0	1.0	3.0
8	二乙二醇二甲醚	0.6	2.0	1.0	3.0
9	二乙二醇单甲醚	0.6	2.0	1.0	3.0
10	三乙二醇二甲醚	0.6	2.0	1.0	3.0
注：非蜡基化妆品检出限与定量限以取样量 0.5 g、定容体积 10 mL、进样量 1 μL 计；蜡基化妆品检出限与定量限以取样量 0.25 g、定容体积 10 mL、进样量 1 μL 计。					



附 录 B
(资料性附录)

10 种禁用二元醇醚及其酯类的中文名称、英文名称、CAS 号、
分子式、相对分子质量及化学结构式

10 种禁用二元醇醚及其酯类的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式参见表 B.1。

表 B.1 10 种禁用二元醇醚及其酯类中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量	化学结构式
1	乙二醇二甲醚	ethylene glycol dimethyl ether	110-71-4	C ₄ H ₁₀ O ₂	90.12	
2	乙二醇单甲醚	2-methoxyethanol	109-86-4	C ₃ H ₈ O ₂	76.09	
3	2-甲氧基-1-丙醇	2-methoxypropanol	1589-47-5	C ₄ H ₁₀ O ₂	90.12	
4	乙二醇单乙醚	2-ethoxyethanol	110-80-5	C ₄ H ₁₀ O ₂	90.12	
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	2-methoxypropyl acetate	70657-70-4	C ₆ H ₁₂ O ₃	132.16	
6	乙二醇甲醚乙酸酯	2-methoxyethyl acetate	110-49-6	C ₅ H ₁₀ O ₃	118.13	
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	2-ethoxyethyl acetate	111-15-9	C ₆ H ₁₂ O ₃	132.16	
8	二乙二醇二甲醚	dimethoxy diglycol	111-96-6	C ₆ H ₁₄ O ₃	134.17	
9	二乙二醇单甲醚	2-(2-methoxyethoxy)ethanol	111-77-3	C ₅ H ₁₂ O ₃	120.15	
10	三乙二醇二甲醚	triethylene glycol dimethyl ether	112-49-2	C ₈ H ₁₈ O ₄	178.23	

附 录 C

(资料性附录)

10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物定量和定性选择离子参数

10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物定量和定性选择离子参数参见表 C.1。

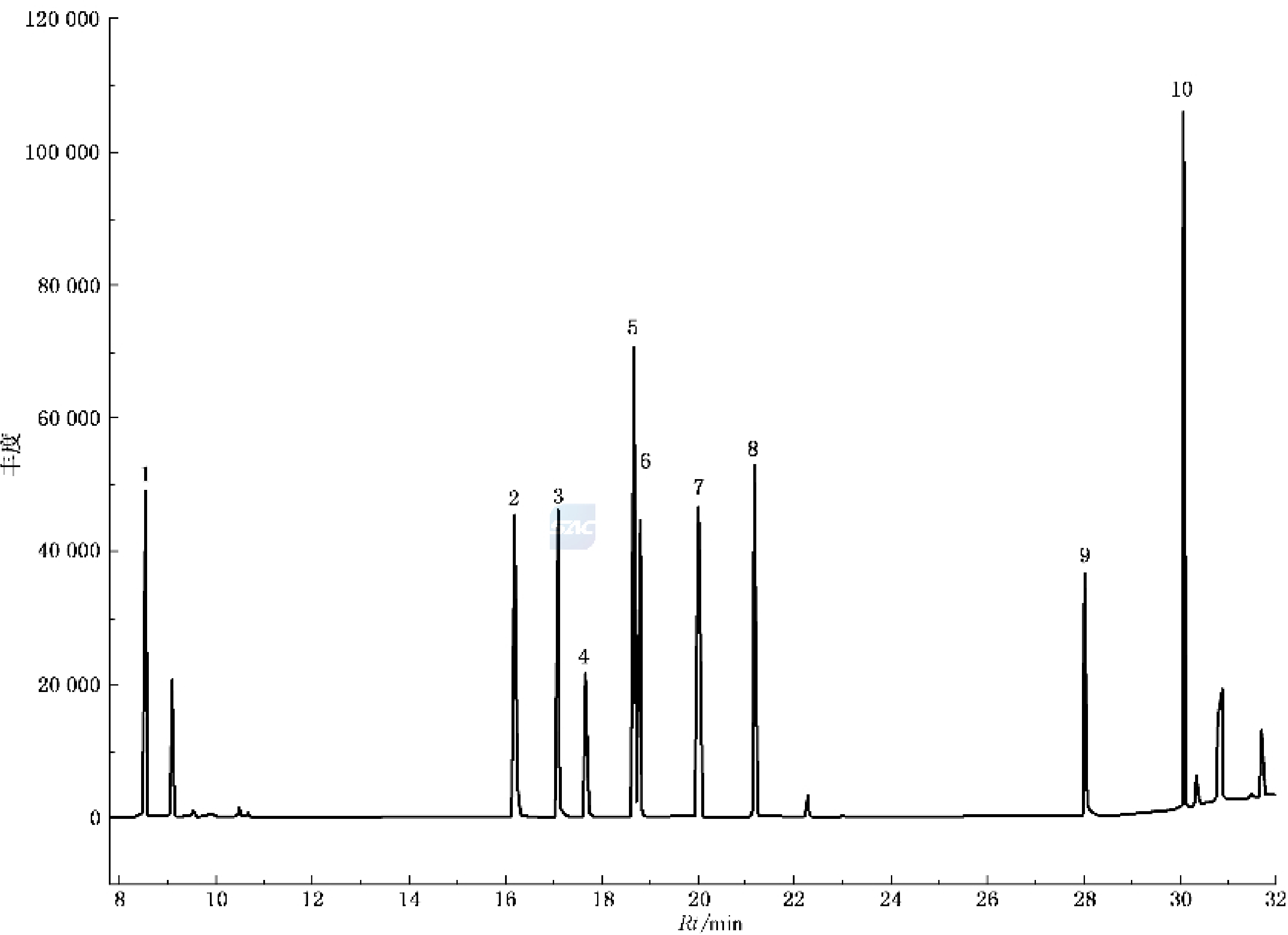
表 C.1 10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物定量和定性选择离子参数

序号	中文名称	保留时间/min	定性离子及其丰度比	定量离子
1	乙二醇二甲醚	8.56	45,60,58,90 (100 : 18 : 10 : 10)	45
2	乙二醇单甲醚	16.21	45,31,43,58 (100 : 13 : 9 : 5)	45
3	2-甲氧基-1-丙醇	17.10	59,31,43,45 (100 : 20 : 11 : 5)	59
4	乙二醇单乙醚	17.68	59,31,45,72 (100 : 83 : 37 : 30)	59
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	18.67	59,43,31,72 (100 : 38 : 8 : 6)	59
6	乙二醇甲醚乙酸酯	18.77	43,58,45,73 (100 : 60 : 51 : 6)	43
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	20.03	43,59,72,87 (100 : 46 : 46 : 12)	43
8	二乙二醇二甲醚	21.18	59,58,45,89 (100 : 45 : 28 : 23)	59
9	二乙二醇单甲醚	28.03	45,59,31,89 (100 : 53 : 18 : 17)	45
10	三乙二醇二甲醚	30.07	59,45,103,89 (100 : 23 : 13 : 9)	59

附 录 D
(资料性附录)

10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图

10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见图 D.1。



说明：

- | | |
|------------------|-----------------|
| 1 —— 乙二醇二甲醚； | 6 —— 乙二醇甲醚乙酸酯； |
| 2 —— 乙二醇单甲醚； | 7 —— 乙二醇单乙醚乙酸酯； |
| 3 —— 2-甲氧基-1-丙醇； | 8 —— 二乙二醇二甲醚； |
| 4 —— 乙二醇单乙醚； | 9 —— 二乙二醇单甲醚； |
| 5 —— 2-甲氧基丙醇乙酸酯； | 10 —— 三乙二醇二甲醚。 |

图 D.1 10 种禁用二元醇醚及其酯类化合物标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图