

# GCMS 法测定化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物的含量

GCMS-487

**摘要：** 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物的检测方法。结果表明，在 0.1~10 mg/L 的浓度范围内，10 种二元醇醚及酯类化合物标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.999 以上，方法回收率在 77 ~ 120% 之间。对浓度为 0.1 mg/L 的标准样品连续进样 5 次，各化合物峰面积相对标准偏差均小于 5.0%，重复性良好。本方法前处理简单、适用于化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物的检测。

**关键词：** 气质联用仪 化妆品 二元醇醚及酯类化合物

二元醇醚及酯类化合物是环氧乙烷的重要衍生物，其分子内同时含有醚键和羟基，这使得它们既可以溶解有机小分子、大分子和高分子物质，又可不同程度地与水或水溶性化合物互溶，具有十分优异的性能。但有研究表明该类化合物除对人体具有一定的刺激作用外，还具有一定的慢性毒性，主要以肾毒性、神经毒性、损害生殖能力和造成胎儿伤害为主，长时间接触可导致癌变，近年来，乙二醇甲醚、乙二醇乙醚及乙二醇乙醚乙酸酯先后被欧盟《化学品注册、评估、许可和限制》(REACH)

法规列入高度关注物质 (SVHC) 清单，我国的《化妆品安全技术规范》也明确规定化妆品中禁止使用乙二醇二甲醚及三乙二醇二甲醚等物质。

本文参照 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》标准，采用乙酸乙酯甲醇对样品进行提取，用 GCMS 进行检测。本方法前处理简单，可有效的检测化妆品中的 10 种二元醇醚及酯类化合物的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：40°C (3 min)\_5°C /min\_70°C (5 min)\_10°C /min\_110°C \_20°C /min\_230°C (2 min)\_20°C /min\_240°C (5 min)

进样口温度：220°C

进样方式：分流进样

进样量：1 μL

载气控制方式：线速度，44.2 cm/sec

离子源温度：230°C

接口温度：240°C

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集模式：SIM，参数见表 1

## ■ 样品前处理

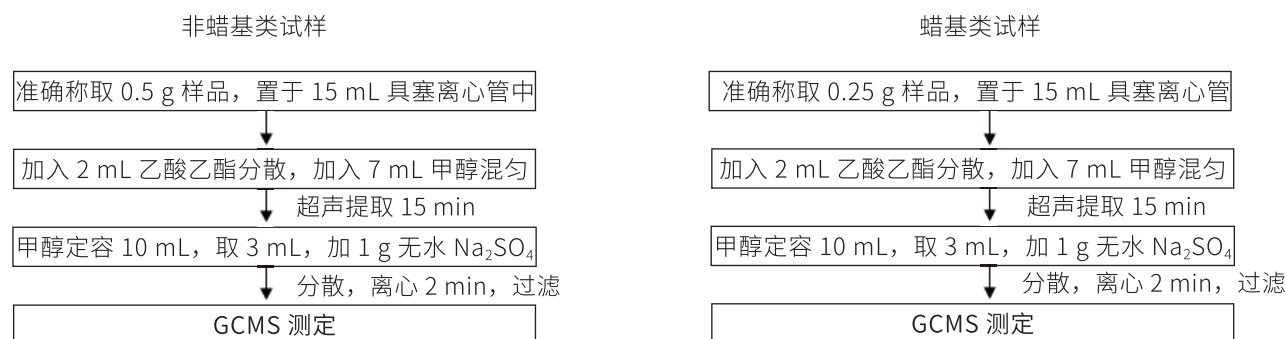


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液色谱图

10 种二元醇醚及酯类化合物混合标准溶液色谱图如图 2 所示。

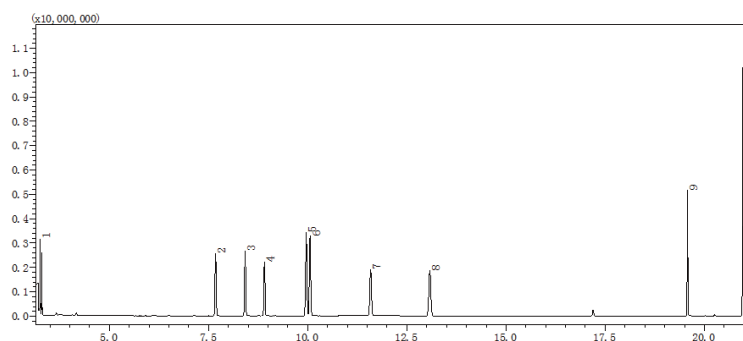


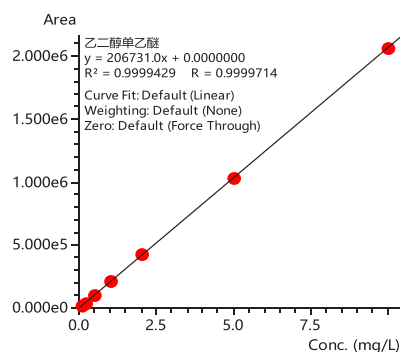
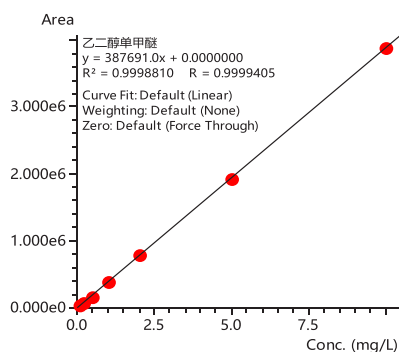
图 2 10 种二元醇醚及酯类化合物混合标准溶液色谱图

表 1 10 种二元醇醚及酯类化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	乙二醇二甲醚	Ethylene glycol dimethyl ether	106-46-7	3.225	60	58、90
2	乙二醇单甲醚	2-methoxyethanol	122-39-4	7.669	45	43、58、46
3	2-甲氧基-1-丙醇	2-methoxyPropanol	319-84-6	8.415	59	43、45、58
4	乙二醇单乙醚	2-ethoxyethanol	118-74-1	8.904	59	45、72、43
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	2-methyl-, methyl ester	319-85-7	9.961	59	43、58、72
6	乙二醇甲醚乙酸酯	Ethanol, 2-methoxy-, acetate	58-89-9	10.055	58	43、45、73
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	2-Ethoxyethyl acetate	23950-58-5	11.583	59	43、72、87
8	二乙二醇二甲醚	Ethane, 1,1'-oxybis[2-methoxy-	13171-21-6	13.074	59	58、45、89
9	二乙二醇单甲醚	Ethanol, 2-(2-methoxyethoxy)-	1897-45-6	19.574	59	45、58、90
10	三乙二醇二甲醚	2,5,8,11-Tetraoxadodecane	60168-88-9	20.965	59	58、45、89

### 3.2 标准曲线

配制 10 种二元醇醚及酯类化合物混合标准溶液系列，浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10 mg/L，取 1  $\mu$ L 进样。以二元醇醚及酯类化合物浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线。部分二元醇醚及酯类化合物标准曲线如图 3 所示，各组分标准曲线线性相关系数见表 2。



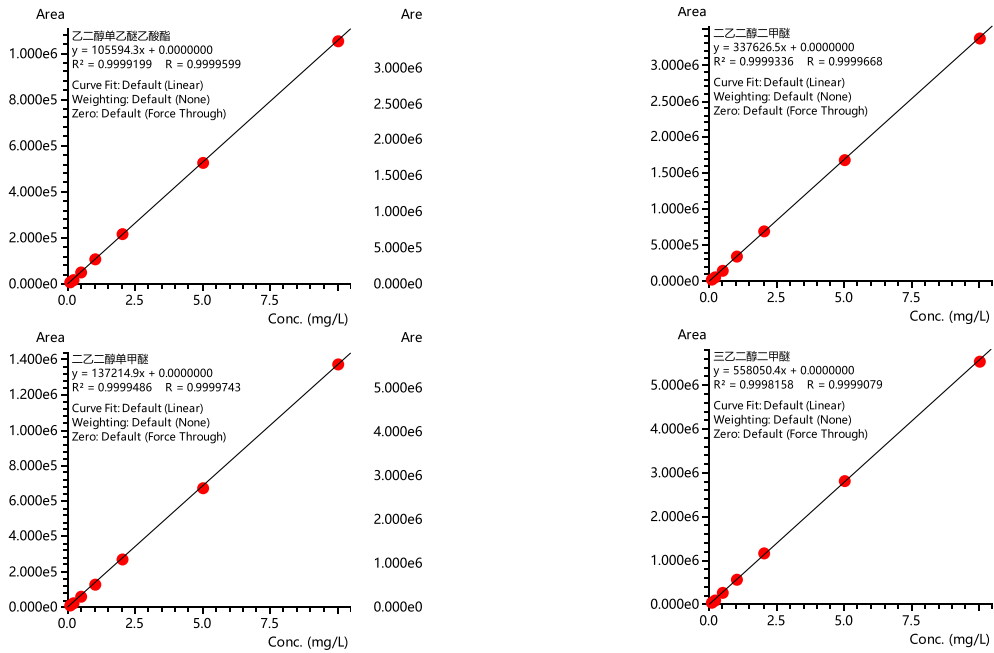


图3 部分二元醇醚及酯类化合物标准曲线

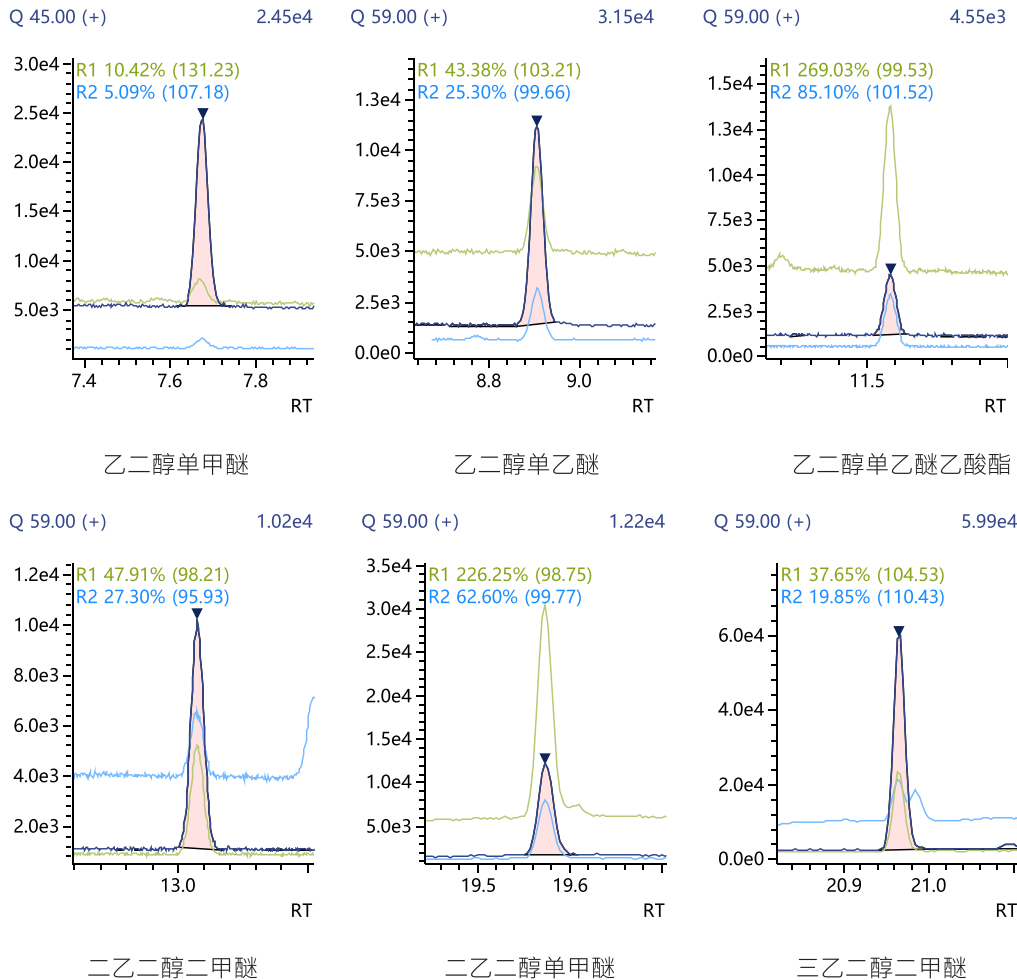


图4 部分二元醇醚及酯类化合物质量色谱图 (浓度 0.1 mg/L)

表 2 二元醇醚及酯类化合物各组分标准曲线相关系数、仪器检出限及重复性

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)	峰面积 RSD (%) (n=5)
1	乙二醇二甲醚	0.9999	0.0145	4.9
2	乙二醇单甲醚	0.9999	0.0056	3.4
3	2- 甲氧基 -1- 丙醇	0.9999	0.0016	4.8
4	乙二醇单乙醚	0.9999	0.0043	4.3
5	2- 甲氧基丙醇乙酸酯	0.9999	0.0056	3.7
6	乙二醇甲醚乙酸酯	0.9999	0.0192	3.6
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	0.9999	0.0118	3.9
8	二乙二醇二甲醚	0.9999	0.0049	3.5
9	二乙二醇单甲醚	0.9999	0.0057	2.7
10	三乙二醇二甲醚	0.9999	0.0018	3.9

### 3.3 检出限及重复性

根据 0.1 mg/L 混合标准溶液的数据, 计算各二元醇醚及酯类化合物的仪器检出限 (3 倍噪声计算), 取 0.1 mg/L 混合标准溶液连续 5 次进样, 考察仪器重复性, 各组分相关结果见表 2。

### 3.4 样品及加标回收实验

分别称取 0.5 g 化妆水、乳液、爽身粉及唇膏样品, 经检测, 该 4 个样品均未检出 10 种二元醇醚及酯类化合物, 其中唇膏样品色谱图见图 5。在上述样品中添加适量的二元醇醚及酯类化合物混合标准溶液, 添加浓度为 2 mg/kg (唇膏添加浓度为 4 mg/kg), 按上述前处理步骤进行处理, 取 1  $\mu$ L 进样, 考察方法的回收率, 添加回收结果如表 3 所示。

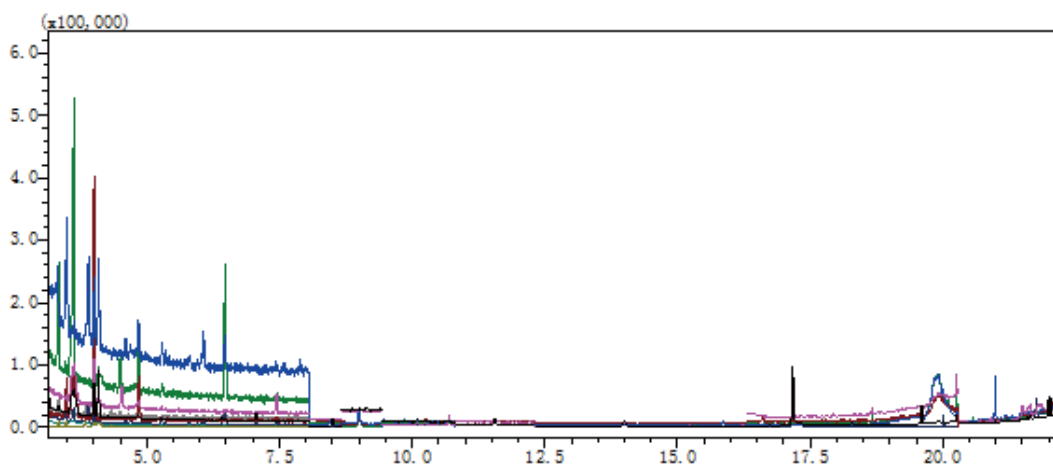


图 5 唇膏样品色谱图

表 3 加标回收结果

No.	化合物名称	化妆水回收率 (%)	乳液回收率 (%)	爽身粉回收率 (%)	唇膏回收率 (%)
1	乙二醇二甲醚	91.1	97.9	108.7	112.9
2	乙二醇单甲醚	119.8	111.7	118.8	114.7
3	2- 甲氧基 -1- 丙醇	77.5	99.0	118.3	118.4

4	乙二醇单乙醚	108.7	116.1	119.6	117.4
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	99.8	109.5	116.9	119.7
6	乙二醇甲醚乙酸酯	110.7	108.6	115.7	119.7
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	110.7	116.0	119.1	117.0
8	二乙二醇二甲醚	111.0	95.3	113.5	112.1
9	二乙二醇单甲醚	102.7	116.6	113.4	105.2
10	三乙二醇二甲醚	93.9	101.9	115.8	112.3

## ■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物的检测方法。在 0.1~10 mg/L 浓度范围内，10 种二元醇醚及酯类化合物标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.999 以上，方法回收率在 77 ~ 120% 之间，取浓度为 0.1 mg/L 的混合标准溶液连续 5 次进样，各组分峰面积相对标准偏差均小于 5.0%，精密度良好。本方法采用溶剂直接提取的方法，方法简单方便，能够有效的测定化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物的含量。

岛津应用云

