

GCMS 法测定化妆品中乙醇胺等 5 种原料含量

GCMS-514

摘要： 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了化妆品中乙醇胺等 5 种原料的检测方法。结果表明，在 20~500 mg/L 的浓度范围内，5 种乙醇胺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 76 ~ 101% 之间。对浓度为 20 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 5 种乙醇胺类化合物的检测。

关键词： 气质联用仪 化妆品 乙醇胺

技术特点：

- ❖ 使用无水乙醇有效提取化妆品中目标成分，减少基质干扰；
- ❖ GCMS 检测可提高灵敏度和定性确证的准确性。

乙醇胺类化合物包括一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺三种醇胺类化合物。它是重要的精细有机化工原料，主要用作吸附酸性气体的吸附剂、医药中间体，树脂合成的改性剂、洗涤类的产品、化妆品（美容护肤产品和洗涤类产品）中的 PH 平衡剂等。由于乙醇胺类化合物与皮肤直接接触可能引起皮炎和湿疹，与硝酸盐发生化学反应生成潜在的致癌物 - 亚硝胺，危害使用者的健康，因此欧洲药典和我国化工行业标准都将乙醇胺等醇胺类物质列为质量控制标准。2015 年版《化妆品安全技术规范》明确规定了二乙醇胺属于禁用的组分，化妆品中仲链烷胺（典型代表就是二

乙醇胺）的质量分数不得超过 0.5%，并且在其他限制和要求中规定不能和亚硝基化体系一起使用。《化妆品安全技术规范（2022 年版）》发布《化妆品中乙醇胺等 5 种原料检验方法》（征求意见稿），该方法规定测定过程中如果有阳性结果，可采用气相色谱 - 质谱法（GC/MS）进行进一步确证。

本文参照《化妆品安全技术规范（2022 年版）》采用气相色谱法质谱法测定化妆品中乙醇胺等 5 种原料，该方法样品经乙醇提取除水过滤后，用 GCMS 进行分析，可有效的去除杂质的干扰，提高检测的灵敏度，满足化妆品日常分析的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

色 谱 柱： SH-Volatile Amine, 60 m×0.32 mm×5.0 μm

柱 温 程 序： 80°C (5 min)_30°C /min_260°C (10 min)

进 样 口 温 度： 250°C

离 子 化 方 式： EI

载 气 控 制 方 式： 线速度

离 子 源 温 度： 250°C

线 速 度： 45.1 cm/sec

色 谱 质 谱 接 口 温 度： 280°C

进 样 方 式： 分流进样

检 测 器 电 压： 调谐电压 +0.1 kV

分 流 比： 10:1

采 集 模 式： SCAN&SIM 方式，离子信息见表 1

进 样 量： 1 μL

■ 样品前处理

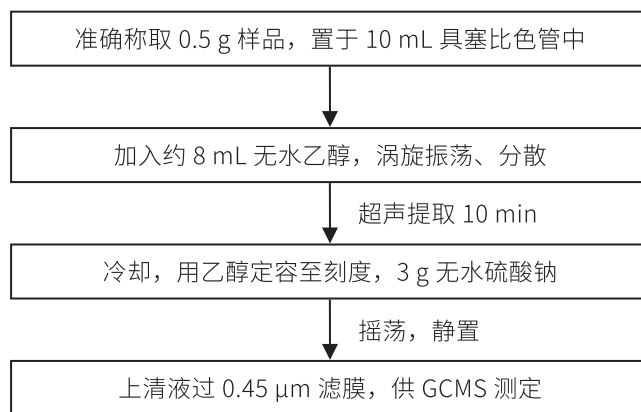


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

乙醇胺等 5 种化合物混合标准溶液色谱图如图 2 所示。

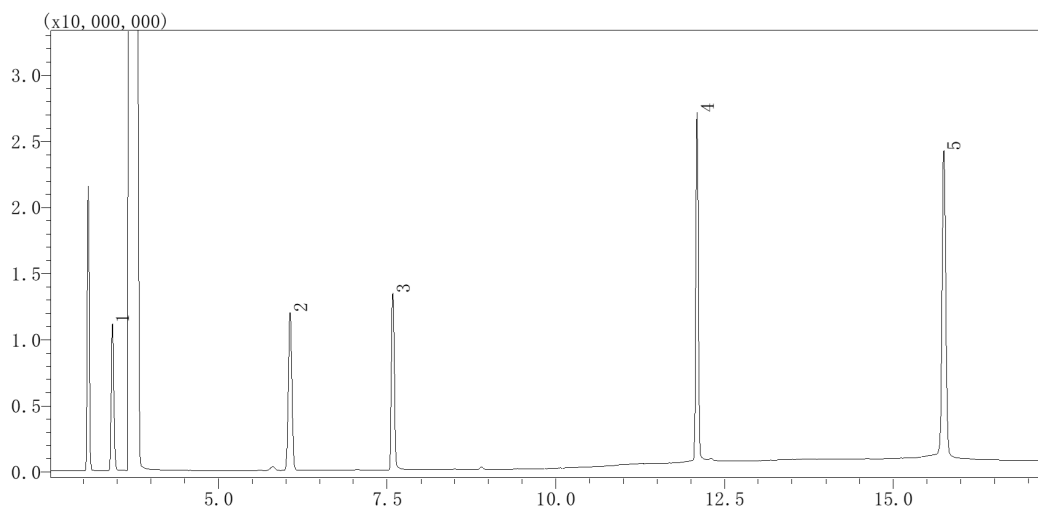


图 2 乙醇胺等 5 种化合物混合标准溶液色谱图

表 1 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 | 二甲胺 | dimethylamine | 124-40-3 | 3.430 | 44 | 45、42 |
| 2 | 二乙胺 | Diethylamine | 109-89-7 | 6.055 | 58 | 30、44、73 |
| 3 | 乙醇胺 | Ethanolamine | 141-43-5 | 7.590 | 30 | 28、42 |
| 4 | 二乙醇胺 | Diethanolamine | 111-42-2 | 12.095 | 74 | 56、30 |
| 5 | 三乙醇胺 | Triethanolamine | 102-71-6 | 15.745 | 118 | 56、74 |

3.2 标准曲线

用化妆品空白基质配制乙醇胺等 5 种化合物混合标准溶液系列，浓度分别为 20、50、100、200、500 mg/L，取 1 μL 进样。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线。部分化合物标准曲线及质量色谱图如下所示。各化合物标准曲线线性相关系数见表 2。

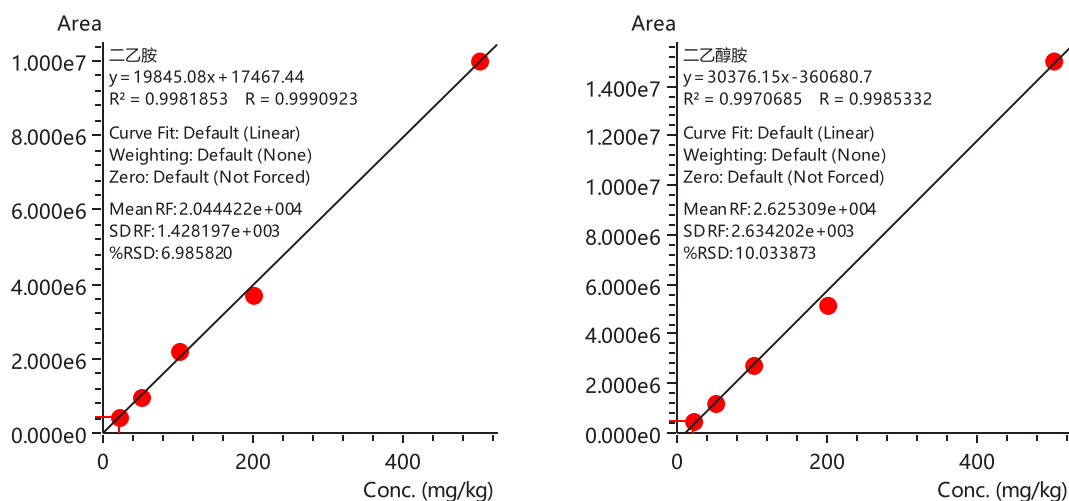


图 3 部分化合物标准曲线

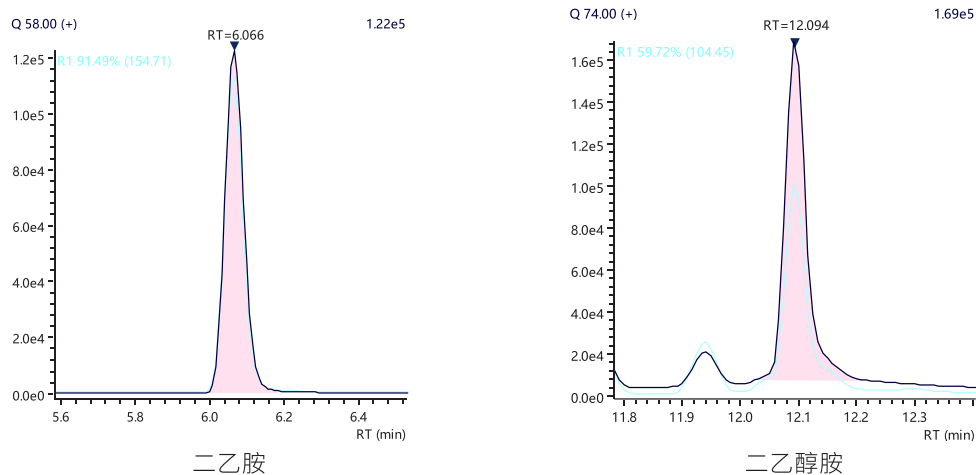


图 4 部分化合物质量色谱图 (浓度 20 mg/L)

表 2 乙醇胺等 5 种化合物标准曲线相关系数、仪器检出限及重复性结果

| No. | 化合物名称 | 相关系数 (R) | 添加回收结果 (%) | 检出限 (mg/L) | 峰面积 RSD (% , n=5) |
|-----|-------|----------|------------|------------|-------------------|
| 1 | 二甲胺 | 0.9991 | 95.9 | 0.06 | 3.48 |
| 2 | 二乙胺 | 0.9991 | 96.5 | 0.13 | 3.48 |
| 3 | 乙醇胺 | 0.9980 | 100.5 | 0.11 | 3.98 |
| 4 | 二乙醇胺 | 0.9985 | 88.6 | 0.21 | 4.12 |
| 5 | 三乙醇胺 | 0.9999 | 76.8 | 6.84 | 4.37 |

3.3 检出限及重复性测试

根据 20 mg/L 混合标准溶液的数据，计算乙醇胺等 5 种化合物的仪器检出限（3 倍噪声计算），取 20 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 加标回收实验

称取 0.5 g 某市售化妆品空白样品，在该样品中添加适量的乙醇胺等 5 种化合物混合标准溶液，添加浓度为 400 mg/kg，按上述前处理步骤进行处理，取 1 μ L 进样，考察方法的回收率，添加回收结果如表 2 所示。

3.5 未知样品的测定

按上述前处理步骤对某市售化妆品样品进行处理，取 1 μL 进行 GCMS 分析，该样品中检出三乙醇胺 12.3%，其余化合物均未检出。

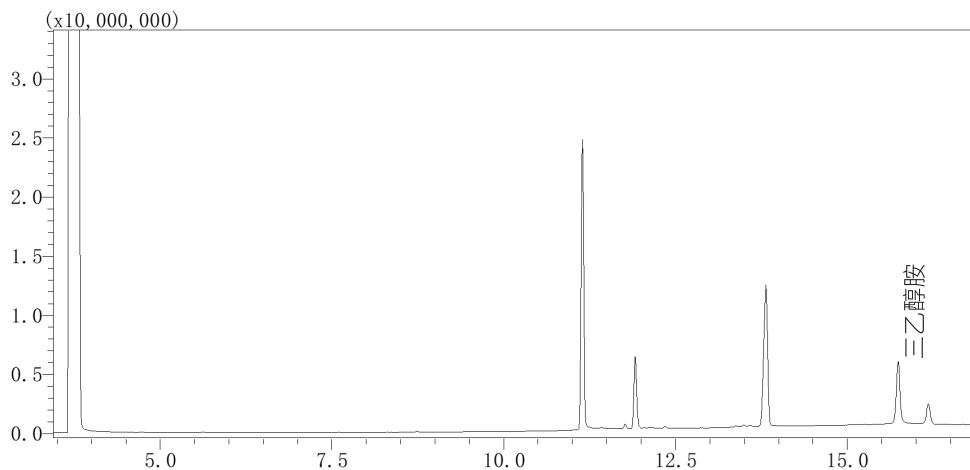


图5 某市售化妆品样品色谱图

■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了化妆品中乙醇胺等 5 种化合物的检测方法。在 20~500 mg/L 浓度范围内，乙醇胺等 5 种化合物标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.998 以上，方法回收率在 76 ~ 101% 之间，取浓度为 20 mg/L 的混合标准溶液连续 5 次进样，各化合物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乙醇胺等 5 种化合物的含量。

岛津应用云

