

# 气相色谱法测定化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物的含量

GC-238

**摘要：**本文使用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，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，化妆品中 10 种二元醇醚及酯类化合物在 5~100 mg/L 的浓度范围内，各组分标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.999 以上，取浓度为 5 mg/L 的标准溶液连续进样 5 次，各组分峰面积相对标准偏差均小于 5.0%，重复性良好。加标回收试验中，各组分回收率在 68.2 ~ 119.8% 之间。本方法样品经溶剂简单提取，简单方便，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。

**关键词：**气相色谱仪 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》和 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》两标准，采用乙酸乙酯和甲醇混合溶剂对样品进行提取，Rtx-624 的色谱柱进行分离，利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 进行检测。方法简单方便，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

岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-624, 60 m×0.32 mm×1.8 μm

柱温程序：60°C (5 min)\_10°C /min\_190°C \_15°C /min\_230°C (10 min)

进样口温度：220°C

进样方式：分流进样

进样量：1 μL

载气：氮气

载气控制方式：线速度

线速度：28.4 cm/sec

FID 检测器温度：250°C

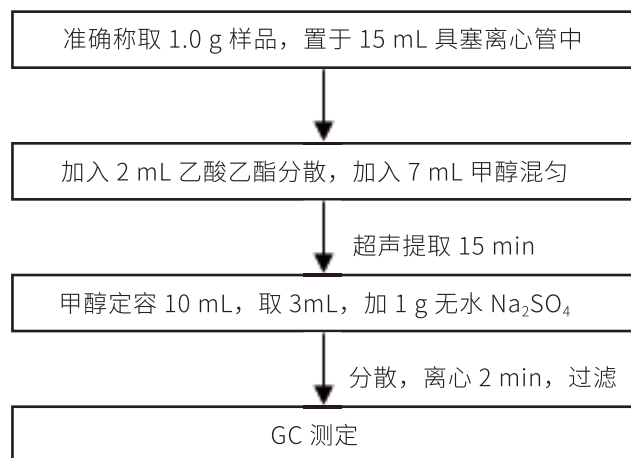
氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

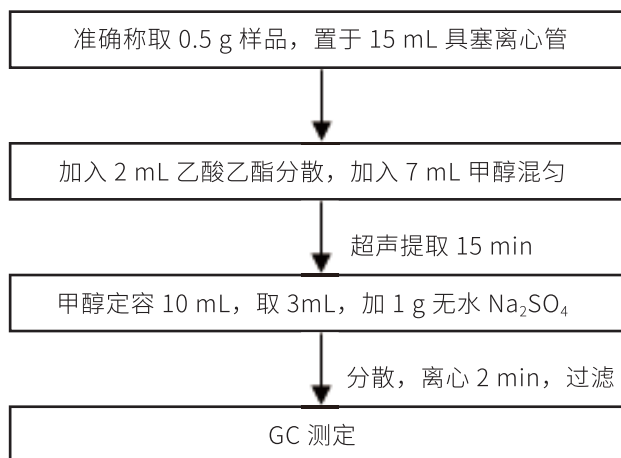
尾吹流量：30 mL/min

## ■ 样品前处理

### 2.1 非蜡基类试样



### 2.2 蜡基类试样



## ■ 结果与结论

### 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 1 所示。

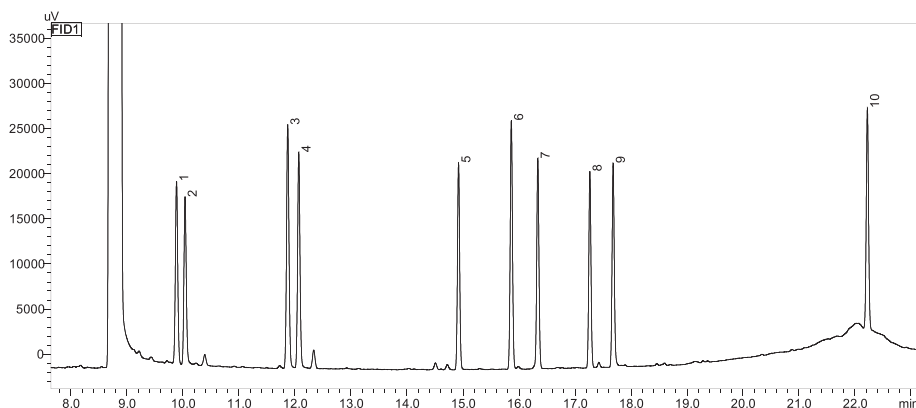


图 1 10 种二元醇醚及酯类化合物混合标准溶液色谱图 (50 mg/L)

表 1 10 种二元醇醚及酯类化合物名称、CAS 号及保留时间

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙二醇二甲醚	Ethylene glycol dimethyl ether	106-46-7	3.846
2	乙二醇单甲醚	2-methoxyethanol	122-39-4	10.522
3	2-甲氧基-1-丙醇	2-methoxyPropanol	319-84-6	11.920
4	乙二醇单乙醚	2-ethoxyethanol	118-74-1	12.003
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	2-methyl-, methyl ester	319-85-7	12.947
6	乙二醇甲醚乙酸酯	Ethanol, 2-methoxy-, acetate	58-89-9	13.287
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	2-Ethoxyethyl acetate	23950-58-5	13.825
8	二乙二醇二甲醚	Ethane, 1,1'-oxybis[2-methoxy-	13171-21-6	13.990

9	乙二醇单甲醚	Ethanol, 2-(2-methoxyethoxy)-	1897-45-6	13.984
10	三乙二醇二甲醚	2,5,8,11-Tetraoxadodecane	60168-88-9	29.920

### 3.2 标准曲线及检出限

配制浓度分别为 5、10、20、50、100 mg/L 的二元醇醚及酯类化合物混合标准溶液，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 2 所示，各组标准曲线线性相关系数见表 2。以 5 mg/L 标准溶液的数据，3 倍信噪比计算出二元醇醚及酯类化合物各组检出限，检出限结果见表 2。

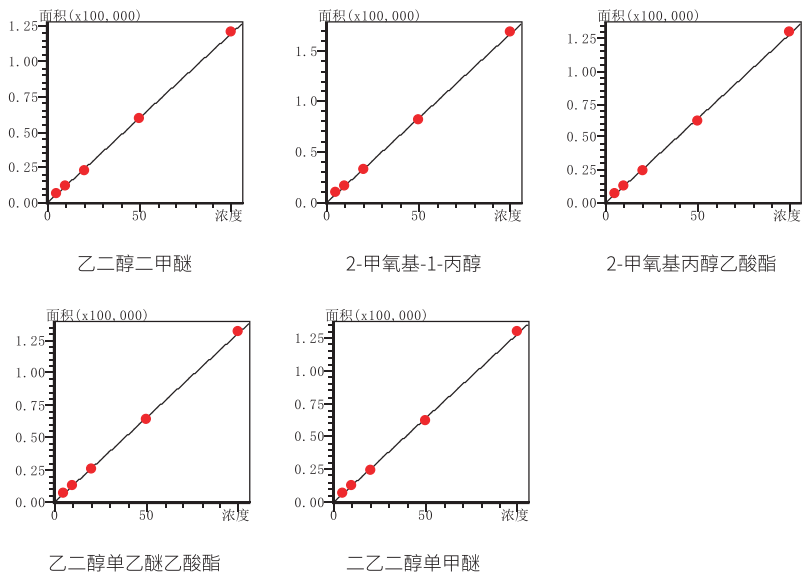


图 2 部分二元醇醚及酯类化合物标准曲线

表 2 二元醇醚及酯类化合物各组标准曲线信息、检出限及重复性结果 (n=5)

No.	化合物名称	线性方程	相关系数 R	检出限 (mg/L)	RSD (%)
1	乙二醇二甲醚	$Y=1210.94X-623.264$	0.9997	1.3	2.9
2	乙二醇单甲醚	$Y=1113.80X-568.972$	0.9999	1.4	3.0
3	2-甲氧基-1-丙醇	$Y=1677.86X-374.809$	0.9998	0.8	4.3
4	乙二醇单乙醚	$Y=1451.99X-637.841$	0.9998	1.0	1.7
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	$Y=1299.45X-1031.75$	0.9999	1.1	4.8
6	乙二醇甲醚乙酸酯	$Y=1624.69X-1397.53$	0.9998	0.9	1.8
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	$Y=1320.09X-723.557$	0.9997	1.1	3.5
8	二乙二醇二甲醚	$Y=1237.29X-987.929$	0.9984	1.1	1.9
9	二乙二醇单甲醚	$Y=1297.49X-875.057$	0.9998	1.1	4.6
10	三乙二醇二甲醚	$Y=1375.55X+467.141$	0.9998	1.0	2.8

### 3.3 重复性

取 5 mg/L 混合标准溶液连续 5 次进样，考察仪器的重复性，具体结果见表 2。

### 3.4 加标回收试验及样品测试结果

分别称取 1.0 g 化妆水、乳液、爽身粉及唇膏样品，往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 50 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，用该方法对某品牌市售唇膏样品进行测定，样品测定结果及谱图详见表 3 及图 3。

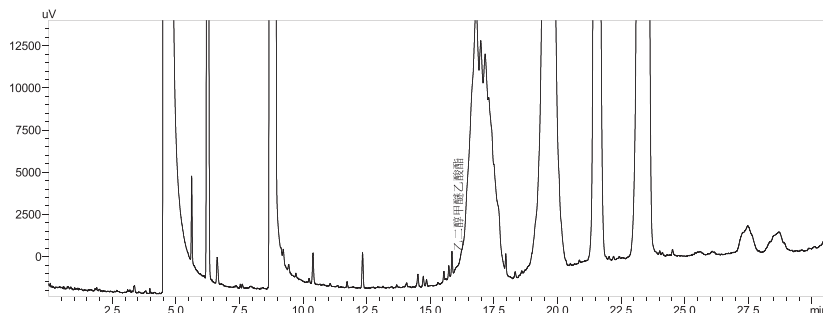


图 3 唇膏样品色谱图

表 3 加标回收结果及样品测定结果

No.	化合物名称	回收率 (%)				唇膏样品测定结果 (mg/kg)
		化妆水	乳液	爽身粉	唇膏	
1	乙二醇二甲醚	80.7	119.5	89.2	117.9	N.D.
2	乙二醇单甲醚	68.2	105.6	81.6	119.8	N.D.
3	2-甲氧基-1-丙醇	73.6	111.5	85.4	120.0	N.D.
4	乙二醇单乙醚	77.8	107.3	86.0	119.8	N.D.
5	2-甲氧基丙醇乙酸酯	75.8	115.0	89.6	119.8	N.D.
6	乙二醇甲醚乙酸酯	75.7	118.6	88.6	119.0	22.31
7	乙二醇单乙醚乙酸酯	79.5	116.8	86.8	116.9	N.D.
8	二乙二醇二甲醚	78.6	111.5	89.7	116.9	N.D.
9	二乙二醇单甲醚	91.1	96.0	88.5	110.8	N.D.
10	三乙二醇二甲醚	94.9	98.5	99.0	106.5	N.D.

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，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 5~100 mg/L 浓度范围内，各组标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.999 以上，方法回收率在 68.2~119.8% 之间，取浓度为 5 mg/L 的混合标准溶液连续 5 次进样，各组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

