

ICS 71.100.70

Y 42

备案号:

QB

# 中华人民共和国轻工行业标准

QB/T ××××—201×

## 化妆品中二甘醇的测定 气相色谱法

- Determination of Diethylene glycol in cosmetics -Gas chromatography

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布



## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：

## 化妆品中二甘醇的测定 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了化妆品中二甘醇的气相色谱-氢火焰离子检测器测定方法。

本标准适用于膏霜、水剂、乳液、啫喱类化妆品中二甘醇的测定。

本标准的检出限和定量限：啫喱类、水剂类中二甘醇的检出限为0.07mg/g，定量限为0.2mg/g，膏霜类和乳液类样品中二甘醇的检出限为0.14mg/g，定量限为0.4mg/g。

### 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

试样经溶剂提取，过滤后，用气相色谱法进行测定，外标法定量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

#### 4.1 氯化钠。

#### 4.2 正己烷。

#### 4.3 饱和氯化钠溶液。

4.4 标准物质：二甘醇（CAS:111-46-6），纯度不小于98.0%。二甘醇的中文名称、英文名称、结构式、CAS号、分子式、相对分子质量参见附录A。

4.5 标准储备溶液：准确称取适量二甘醇标准物质（精确至0.0001g）（4.4），以一级水配制成浓度为1.0mg/mL的标准储备溶液。标准储备溶液于4℃避光保存，可使用三个月。

### 5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪（GC）：配有氢火焰离子检测器。

5.2 分析天平：感量为0.0001g。

5.3 超声波水浴。

5.4 涡旋振荡器。

5.5 具塞比色管：25mL。

5.6 分液漏斗：50ml。

5.7 微孔滤膜：0.45μm，聚砜醚材质。

### 6 分析步骤

#### 6.1 样品处理

##### 6.1.1 水剂、啫喱（非乳化体系样品）

准确称取1.0g（准确至0.0001g），用饱和氯化钠溶液（4.3）稀释于25ml具塞比色管（5.5）中，涡旋混匀后，超声振荡15min，冷却后定容经0.45μm滤膜（5.7）过滤，以待进样。

##### 6.1.2 乳液、膏霜（乳化体系样品）

准确称取0.5g（准确至0.0001g）至25ml具塞比色管（5.5），加入用饱和氯化钠溶液（4.3）

涡旋后，80℃超声 15min，冷却后定容，用 10ml 正己烷（4.2）萃取 3 次，弃去上层有机相，下层水相经 0.45μm 滤膜（5.7）过滤，以待进样。

## 6.2 测定条件

气相色谱测定参考条件如下：

- a) 色谱柱：ZB-Waxplus（30m×0.25mm×0.25μm）；
- b) 进样口温度：250℃；
- c) 柱温：程序升温，初始温度 100℃，8℃/min 的速率升温至 230℃，保持 5min；
- d) 载气流速：氮气（>99.99%），1.0ml/min；
- e) 进样量：1μl；
- f) 分流比：20:1；
- g) 检测器温度：300℃。

## 6.3 标准曲线的绘制

用一级水将标准储备液按比例混合，并将逐级稀释得到的浓度为 0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1mg/mL、0.2mg/mL、0.5mg/mL 的标准工作溶液，按 6.2 的测定条件浓度由低到高进样测定，以峰面积-浓度作图，得到标准曲线回归方程。

## 6.4 测定

按 6.2 的测定条件对 6.1 待测样液中二甘醇进行测定，用外标法定量。待测样液中二甘醇的响应值应在标准曲线的线性范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析。进行样品测定时，如果检出物质的色谱峰的保留时间与二甘醇标准品相一致，则可初步确认样品中存在被测禁用着色剂。必要时，可酌情修改升温程序进行确认试验。

二甘醇标准物质气相色谱图参见附录 B。

## 6.5 空白试验

除不称取样品外，均按上述测定条件和步骤进行。

## 7 结果计算

结果按式（1）计算，计算结果保留两位小数（计算结果应扣除空白值）：

$$W = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

中：

W——试样中二甘醇的含量，单位为毫克每克（mg/g）；

c——从标准工作曲线上查出的样液中二甘醇的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

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）。

## 8 检出限和定量限

本标准的检出限和定量限：啫喱类、水剂类中二甘醇的检出限为0.07mg/g，定量限为0.2mg/g，膏霜类和乳液类样品中二甘醇的检出限为0.14mg/g，定量限为0.4mg/g。

## 9 回收率和精密度

在添加浓度 1 mg/g ~ 10 mg/g 浓度范围内，回收率在 84 % ~ 108%之间，相对标准偏差小于 10%。

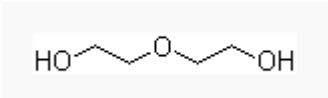
## 10 允许差

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

附录 A  
(资料性附录)

## 二甘醇的中文名称、英文名称、结构式、CAS 号、分子式、相对分子质量

表 A.1 二甘醇的中文名称、英文名称、结构式、CAS 号、分子式、相对分子质量

中文名称	英文名称	结构式	CAS 号	分子式	相对分子质量
二甘醇	Di-ethylene glycol		111-46-6	HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	106.11

附录 B  
(资料性附录)  
二甘醇标准物质气相色谱图

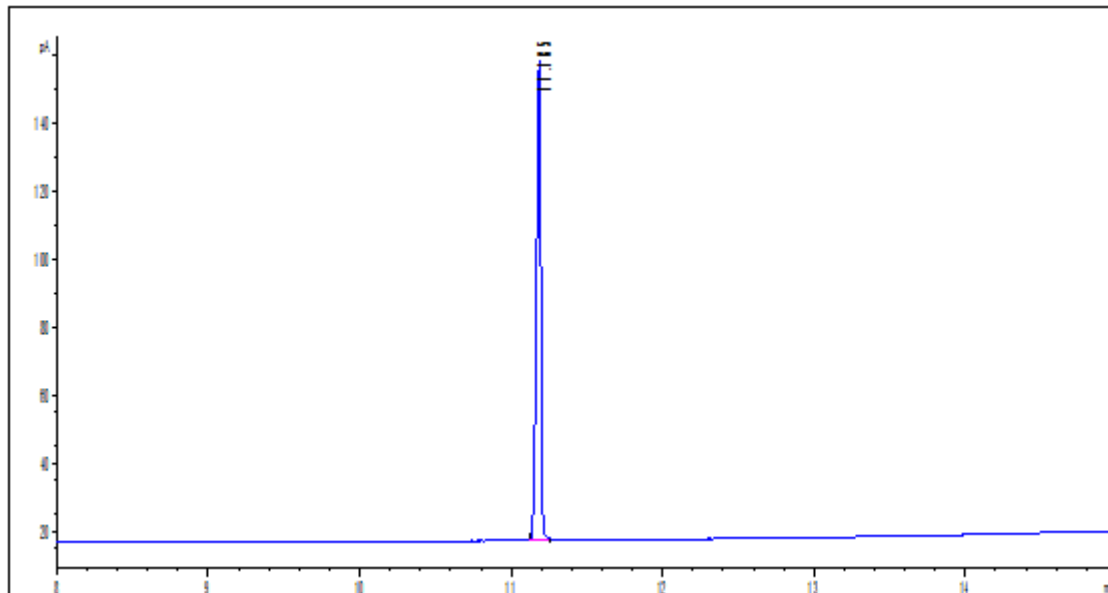


图 B.1 二甘醇标准物质气相色谱图(标准溶液浓度: 1.188mg/ml)



附录 C  
(规范性附录)

二甘醇阳性结果的确证

必要时,可采用气相色谱-质谱法进一步确证阳性结果。

C.1 参考气相色谱-质谱条件

色谱柱: (5%-苯基)-甲基聚硅氧烷毛细管柱(柱长为 30m, 内径为 0.25mm, 膜厚度为 0.25 $\mu$ m) 或相当者;

柱温程序: 程序升温: 起始温度为 50  $^{\circ}$ C, 维持 3 分钟, 以 20  $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 220  $^{\circ}$ C, 维持 3 min;

进样口温度: 250  $^{\circ}$ C;

接口温度: 250  $^{\circ}$ C;

载气: 氦气 1.0 mL/min;

电离方式: EI;

电离能量: 70 eV;

监测方式: 选择离子扫描 (SIM);

进样方式: 分流进样, 分流比: 5:1;

进样量: 1.0  $\mu$ L。

C.2 谱图

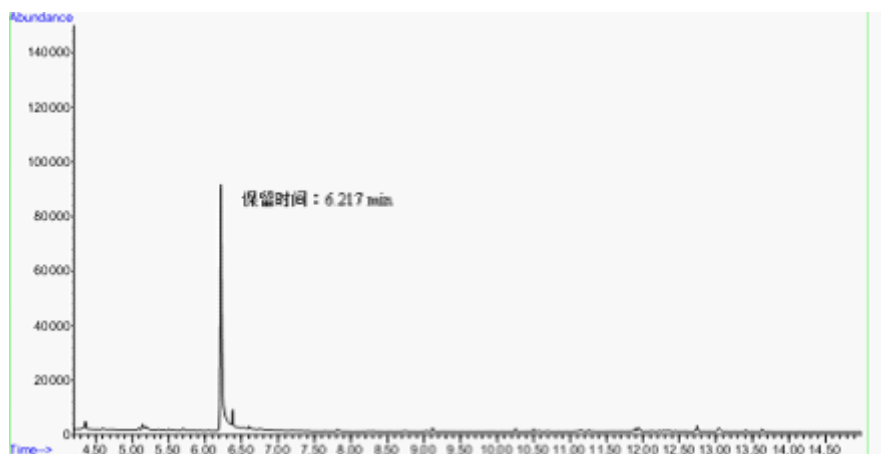


图 C.1 二甘醇的总离子流色谱图

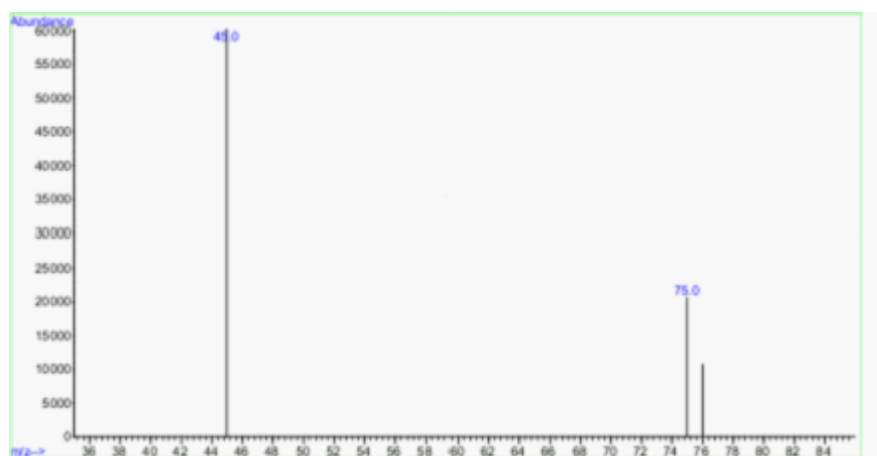


图 C.2 二甘醇的质谱图

表 C.1 二甘醇特征离子表

特征选择离子	45	75	76
相对离子丰度比 (k)	100%	30%	15%
最大允许偏差		±25%	±30%