

ICS 71.100.70  
分类号: Y 42

**QB**

**中华人民共和国轻工行业标准**

**QB/T 5411—2019**

---

**化妆品中禁用物质二甘醇的测定  
气相色谱法**

**Determination of prohibited diethylene glycol in cosmetics  
—Gas chromatography**

2019-11-11 发布

2020-04-01 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。

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：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）、北京大宝化妆品有限公司、完美（中国）有限公司、无限极（中国）有限公司、广州市科能化妆品科研有限公司。

本标准主要起草人：于单、陈淙、黄狄娜、杨琼利、刘德海、黄前乐、戴结玲、宋佳。

本标准首次发布。

## 引 言

本标准的被测物质是我国《化妆品安全技术规范》（2015年版）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年版）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，仅为测定化妆品中这些物质提供检测方法。

## 化妆品中禁用物质二甘醇的测定 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了化妆品中禁用物质二甘醇的气相色谱-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200 mg/kg，定量限为500 mg/kg，膏霜类和乳液类样品中二甘醇的检出限为400 mg/kg，定量限为600 mg/kg。

### 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

4.1 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。

4.2 氯化钠。

4.3 正己烷。

4.4 饱和氯化钠溶液。

4.5 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、化学式、相对分子质量参见附录A表A.1。

4.6 标准储备溶液：准确称取适量二甘醇标准物质（精确至0.0001g）（4.5），以水配制成浓度为1.0 mg/mL的标准储备溶液。标准储备溶液于4℃避光保存，贮存期3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：25 mL。

5.6 分液漏斗：50 mL。

5.7 微孔滤膜：0.45 μm，聚醚砜材质。

### 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1.0 g（准确至0.001 g）样品至25 mL具塞比色管（5.5）中，加入饱和氯化钠溶液（4.4）涡旋混匀后，超声振荡15 min，冷却后用饱和氯化钠溶液定容至10.0 mL，经0.45 μm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 0.5 g（准确至 0.001 g）样品至 25 mL 具塞比色管（5.5），加入饱和氯化钠溶液（4.4）涡旋后，80 °C 超声 15 min，冷却后用饱和氯化钠溶液定容至 10.0 mL，用 10 mL 正己烷（4.3）于分液漏斗中萃取 3 次，弃去上层有机相，下层水相经 0.45 μm 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（30 m×0.25 mm×0.25 μm）（或其他相当柱效的色谱柱）；
- b) 进样口温度：250 °C；
- c) 柱温：程序升温，初始温度 100 °C，以 8 K/min 升温至 230 °C，保持 5 min；
- d) 载气流速：氮气（纯度 99.99% 以上），1.0 mL/min；
- e) 进样量：1 μL；
- f) 分流比：20：1；
- g) 检测器温度：300 °C。

### 6.3 标准曲线的绘制

用水将标准储备液逐级稀释得到浓度为 20.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L 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，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，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，根据标准曲线得到待测溶液中的二甘醇。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二甘醇。必要时，对阳性样品进行确认可参考《化妆品安全技术规范》（2015 年版）（国家食品药品监督管理总局 2015 年第 268 号公告）第四章理化检验方法 2.20 二甘醇附录 A 方法。

二甘醇标准物质气相色谱图参见附录 B 图 B.1。

### 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

结果按公式（1）计算，计算结果保留两位小数（计算结果应扣除空白值）：

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

式中：

$W$ ——试样中二甘醇的含量，单位为毫克每克（mg/kg）；

$c$ ——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/L）；

$V$ ——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 回收率和精密度

非乳化体系添加浓度 500 mg/kg~5 000 mg/kg 浓度范围，乳化体系添加浓度 600 mg/kg~10 000 mg/kg 浓度范围内，本方法的回收率在 77.1%~108% 之间，相对标准偏差小于 10%。

## 9 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%。

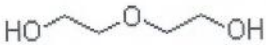
序号	测定项目	测定结果 1	测定结果 2	算术平均值	允许差
1	水分	12.5	13.0	12.75	1.275
2	灰分	15.2	15.8	15.5	1.55
3	挥发分	18.7	19.2	18.95	1.895
4	固定碳	65.3	64.8	65.05	6.505
5	发热量	28.5	29.0	28.75	2.875

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、化学式、相对分子质量

二甘醇的中文名称、英文名称、结构式、CAS 号、化学式、相对分子质量参见表 A.1。

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

中文名称	英文名称	结构式	CAS 号	化学式	相对分子质量
二甘醇	Diethylene 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

二甘醇标准物质气相色谱图参见图 B.1。

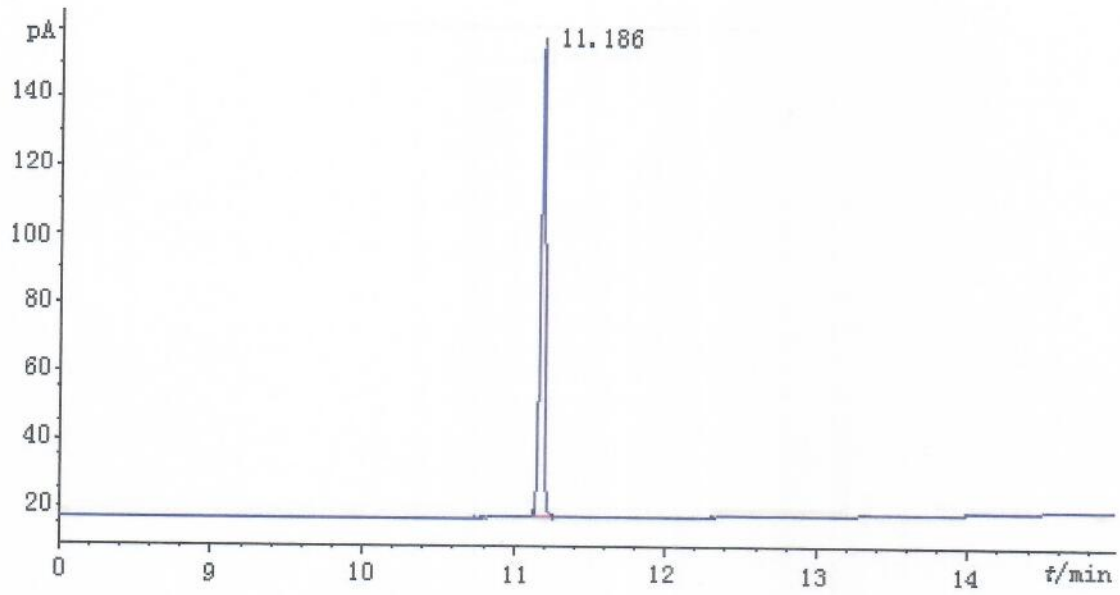


图 B.1 二甘醇标准物质气相色谱图 (标准溶液浓度: 1.188 mg/mL)



参 考 文 献

- [1] 《化妆品安全技术规范》（2015年版）（国家食品药品监督管理总局 2015 年第 268 号公告）

中华人民共和国  
轻工行业标准  
化妆品中禁用物质二甘醇的测定  
气相色谱法

QB/T 5411—2019

\*

中国轻工业出版社出版发行

地址：北京东长安街6号

邮政编码：100740

发行电话：(010) 85119832/38

网址：<http://www.chlip.com.cn>

Email：[club@chlip.com.cn](mailto:club@chlip.com.cn)

轻工业标准化编辑出版委员会编辑

地址：北京西城区月坛北小街6号院

邮政编码：100037

电话：(010) 68049923

\*

版权所有 侵权必究

书号：155019·5421

印数：1—200册 定价：30.00元