



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2107—2008

进出口化妆品中一乙醇胺、二乙醇胺、 三乙醇胺的测定方法

Determination of monoethanolamine, diethanolamine and triethanolamine in
cosmetics for import and export

2008-07-17 发布

2009-02-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中国检验检疫科学研究院工业品所负责起草。

本标准主要起草人：王星、蔡天培、武婷、肖海清、王超、马强、张帆、刘柳。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口化妆品中一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的测定方法

1 范围

本标准规定了化妆品中一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的测定方法。

本标准适用于皮肤护理类化妆品中一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的测定。

2 原理

化妆品中的一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺用乙醇超声提取，离心过滤，采用气相色谱进行分离、测定。保留时间定性，外标法定量，气相色谱质谱法确证。

3 试剂与材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为二次去离子水。

3.1 一乙醇胺，纯度 $\geq 99\%$ 。

3.2 二乙醇胺，纯度 $\geq 99\%$ 。

3.3 三乙醇胺，纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺标准储备溶液：分别准确称取一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺各 0.5 g，精确到 0.000 1 g，于 50 mL 烧杯中，加适量乙醇溶解，溶液定量移入 100 mL 容量瓶中，用乙醇定容至刻度，混匀。标准储备溶液浓度为 5 000 mg/L。冰箱冷藏保存。

3.5 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺标准混合储备液：分别准确移取一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺储备液各 20 mL 于 100 mL 容量瓶中，用乙醇定容至刻度，得到标准混合储备液。一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的浓度均为 1 000 mg/L。

3.6 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺标准工作溶液：移取标准混合储备液(3.5)，分别配制成三种乙醇胺类物质的浓度为 50、100、200、500、1 000 mg/L 的标准工作溶液。冰箱冷藏保存。

4 仪器

4.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 气相色谱仪：配质量检测器(MSD)。

4.3 微量进样器：10 μ L。

4.4 超声波清洗仪。

4.5 离心机：大于 6 000 r/min。

4.6 0.45 μ m 有机相过滤膜。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取化妆品试样 1.0 g，精确到 0.001 g，置于 50 mL 具塞锥形瓶中，准确加入 10 mL 乙醇，在超声波清洗器中超声提取 10 min。取 5 mL 溶液放入离心管中，在 6 000 r/min 离心 15 min，取上清液加入 3 g 无水硫酸钠脱水，静置后经滤膜(4.6)过滤，所得滤液供气相色谱测定。

5.2 测定

5.2.1 仪器条件

5.2.1.1 气相色谱(GC-FID)条件

- a) 色谱柱:HP-5[30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm,5% phenyl methyl-siloxane]或相当者;
- b) 升温程序:初始温度为 80 °C,保持 3 min 后以 25 °C/min 的速率升至 250 °C,保持 5 min;
- c) 载气:N₂(纯度为 99.999%),流量 1.5 mL/min,恒流模式;
- d) 检测器气体:H₂(纯度为 99.999%),流量 30 mL/min;空气流量 300 mL/min;尾吹 N₂ 流量 25 mL/min;
- e) 进样口温度:250 °C;
- f) 检测器温度:260 °C;
- g) 进样方式:分流进样,分流比 30:1;
- h) 进样量:1.0 μL。

5.2.1.2 气相色谱-质谱(GC/MSD)条件

- a) GC-MS 条件:HP-5MS 柱[30m×0.25mm(内径)×0.25 μm,5% phenyl methyl-siloxane]或相当者;
- b) 升温程序:初始温度为 80 °C,保持 3 min 后以 25 °C/min 的速率升至 250 °C,保持 5 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 色谱-质谱接口温度:280 °C;
- e) 电离方式:EI;
- f) 电离能量:70 eV;
- g) 电子倍增器电压为自动调协电压 1 200 V;
- h) 进样方式:分流进样,分流比 30:1;
- i) 溶剂延迟:1.5 min;
- j) 数据采集方式:全扫描方式(Scan),监视离子范围 10 m/z~250 m/z;
- k) 进样量:1.0 μL。

5.2.2 试样测定

5.2.2.1 标准工作曲线绘制

分别准确吸取标准工作溶液(3.6)1.0 μL 按浓度由稀至浓顺序注入气相色谱仪,按色谱条件(5.2.1.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的标准气相色谱图参见附录 A。

5.2.2.2 试样测定

用微量进样器准确吸取 1.0 μL 试样溶液(5.1)注入气相色谱仪,按色谱条件(5.2.1.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,由色谱峰的峰面积可从标准曲线上求出相应的被测物的浓度。样品溶液中,一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的响应值均应在仪器测定的线性范围内。被测物含量高的试样可取适量试样溶液用乙醇稀释后进行测定。

5.2.2.3 气相色谱-质谱结果确证

根据上述 5.2.2.1 的测定结果,如果样液与混合标准溶液在相同保留时间有色谱峰出现,则在 5.2.1.2 仪器条件下,对混合标准工作溶液和样液进行测定。如果检出色谱峰的保留时间与标准物质一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子比与标准物质相对丰度一致,则可判断试样中存在被测物质。一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的特征选择离子参见附录 B。一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的总离子流图参见附录 C。

5.3 空白试验

除不称取试样外,按上述步骤进行。

6 结果计算

结果按式(1)计算：

$$W = \frac{c \times V}{1\,000\,m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W——试样中一乙醇胺或二乙醇胺或三乙醇胺的含量，%；

c——标准工作曲线中查得的样液中一乙醇胺或二乙醇胺或三乙醇胺的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V——样液最终定容体积，单位为升(L)；

m——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果精确到 0.01。

7 测定低限

本标准对一乙醇胺、二乙醇胺测定低限为 0.05%；对三乙醇胺的测定低限为 0.1%。

8 回收率与精密度

回收率和精密度见表 1。

表 1 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的回收率与精密度

名 称	添加浓度/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
一乙醇胺	0.05	94.6	2.74
	0.5	101.0	1.99
	1	104.7	0.99
二乙醇胺	0.05	95.6	3.36
	0.5	100.4	3.10
	1	101.4	2.03
三乙醇胺	0.1	91.9	3.43
	0.5	94.3	3.04
	1	90.4	2.63

附 录 A
(资料性附录)
标准物质的气相色谱图

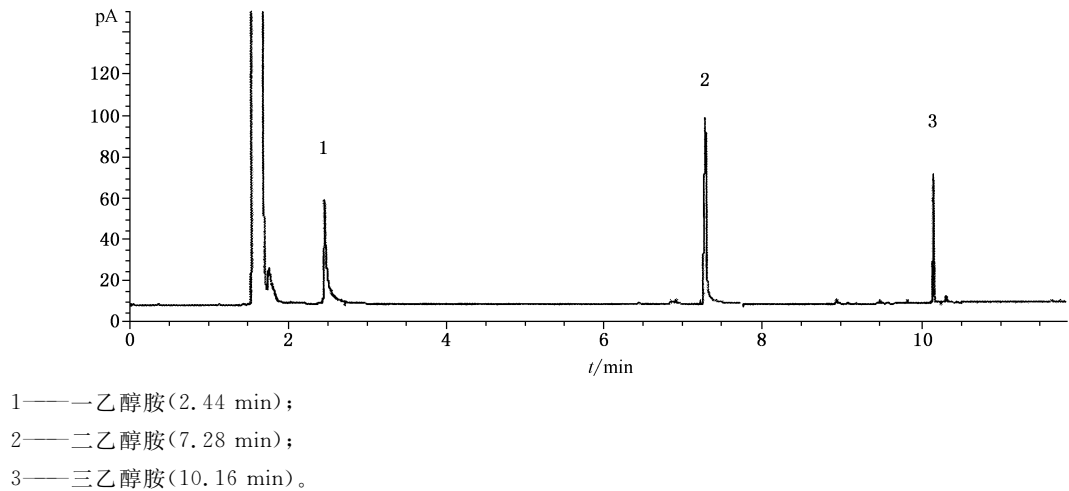


图 A.1 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的标准物气相色谱图

附 录 B
(资料性附录)
一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的特征离子表

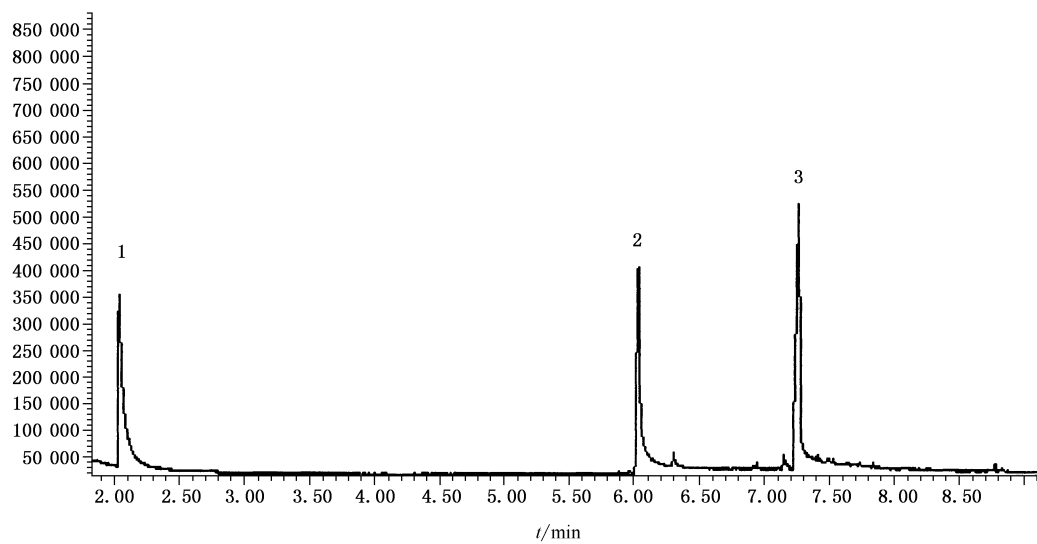
表 B.1 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的特征离子

名称	分子式	CAS No.	特征选择离子及丰度比
一乙醇胺	C_2H_7NO	141-43-5	30(100), 28(34.7), 42(38.9)
二乙醇胺	$C_4H_{11}NO_2$	111-42-2	74(100), 56(56.0), 30(42.0)
三乙醇胺	$C_6H_{15}NO_3$	102-71-6	118(100), 74(40.4), 56(37.8)

附 录 C

(资料性附录)

一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的标准物总离子流图



1——一乙醇胺(2.02 min);

2——二乙醇胺(6.03 min);

3——三乙醇胺(7.27 min)。

图 C.1 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的标准物总离子流图(TIC)