

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3035—2017

化妆品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚(BHA)、 二丁基羟基甲苯(BHT)和叔丁基对苯二酚 (TBHQ)的测定 气相色谱法

Determination of butylated hydroxyl anisole(BHA)、dibutylated hydroxyl toluene(BHT) and tertiary butyl hydroquinone(TBHQ) in cosmetics by gas chromatography

2017-10-25 发布

2017-11-25 实施

山东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准由山东省化工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、山东省食品药品检验研究院。

本标准主要起草人：盛建伟、邹惠玲、田其燕、申中兰、李玲。

化妆品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚（BHA）、二丁基羟基甲苯（BHT）和叔丁基对苯二酚（TBHQ）的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了气相色谱测定化妆品中丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)和叔丁基对苯二酚(TBHQ)的方法。

本标准适用于化妆品中BHA、BHT与TBHQ的测定。

本标准的方法检出限：BHA 2 mg/kg，BHT 2 mg/kg，TBHQ 5 mg/kg。定量限：BHA 5 mg/kg，BHT 5 mg/kg，TBHQ 10 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，仅所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

试样中的抗氧化剂用有机溶剂提取、过滤，以非极性毛细管柱分离后，气相色谱氢火焰离子化检测器检测，采用保留时间定性，外标法定量。

4 试剂

除特别注明外，本标准所用试剂均为分析纯试剂，水为GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙酸乙酯。

4.2 BHA 标准品：CAS 号 121-00-6，纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.3 BHT 标准品：CAS 号 128-37-0，纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.4 TBHQ 标准品：CAS 号 1948-33-0，纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.5 BHA、BHT、TBHQ 标准储备液：准确称取 BHA、BHT、TBHQ 标准品各 50 mg（精确至 0.1 mg），用乙酸乙酯溶解并定容至 50 mL，配制成 1 mg/mL 的储备液，于 4 °C 冰箱中避光保存 6 个月。

4.6 BHA、BHT、TBHQ 工作溶液：分别吸取标准储备液 0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、5.0 mL，于一组 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯定容，此标准系列的浓度为 0.01 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.4 mg/mL、0.5 mg/mL。使用前配制。

5 仪器

5.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）及自动进样器。

5.2 电子天平：感量 0.01 g 和 0.1 mg。

5.3 涡旋混合器。

5.4 离心机：转速不低于 3000 r/min。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 液体试样振摇混合均匀，固体、半固体样品粉碎混合均匀。

6.1.2 准确称取已制备好的试样 2 g（精确至 0.01 g）于 10 mL 具塞刻度管中，准确加入 4.0 mL 乙酸乙酯，旋涡混合 2 min，离心（3000 r/min）5 min，取上清液于 10 mL 具塞刻度管，再分别用 3 mL，3 mL 乙酸乙酯提取，合并萃取液，取上清液待测。

6.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下：

- a) 色谱柱：填料为 5 %苯基甲基硅氧烷石英毛细管柱，柱长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm；或性能相当的色谱柱。
- b) 进样口温度：250 °C；
- c) 柱温：初始温度 180 °C，然后以 20 °C/min 升温至 200 °C，保持 1 min，以 2 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，以 50 °C/min 到 280 °C，保持 1 min；
- d) 检测器温度：250 °C；
- e) 进样量：1 μL
- f) 进样方式：分流进样，分流比为 10:1；
- g) 载气：氮气，流速 0.7 mL/min；氢气：30 mL/min、空气：300 mL/min、尾吹气（氮气）：40 mL/min，柱流速（氮气）：气体纯度均 ≥99.999 %。

6.3 测定

将系列工作标准溶液（4.6），按照浓度由低到高的顺序进样 1 μL，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线。同时进样 1 μL 试样溶液，测定峰面积与标准曲线定量比较，同时做空白试验。

6.4 计算

6.4.1 试样中各组分的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X —— 试样中抗氧化剂的含量，单位为克每千克 (g/kg)；
 C —— 测定试样中抗氧化剂的质量，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
 m —— 试样质量，单位为克 (g)；
 V —— 试样制备液体积，单位为毫升 (mL)。

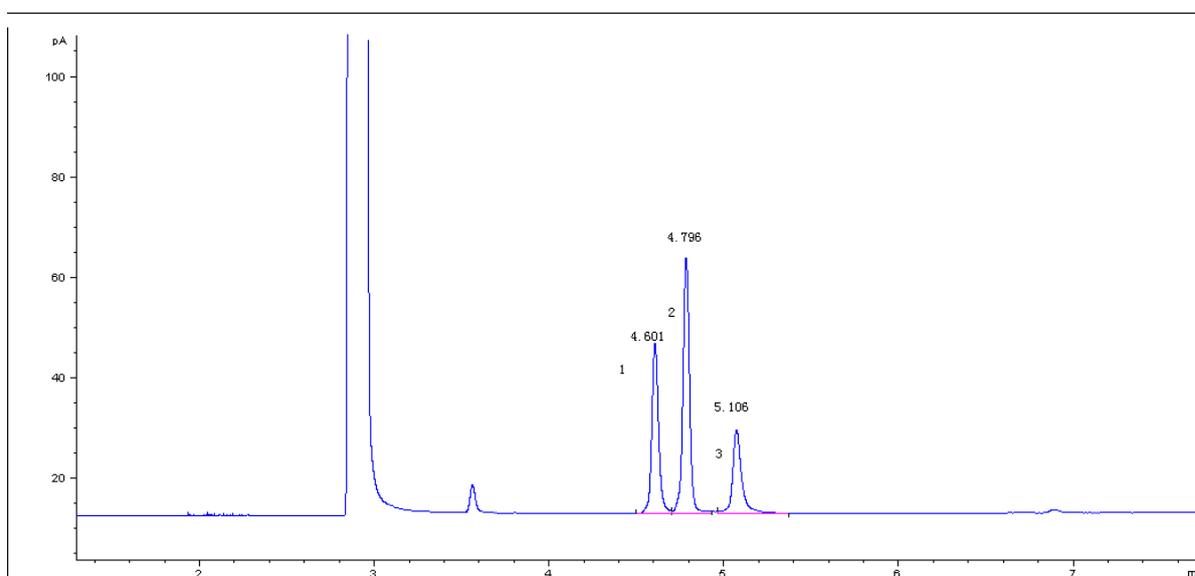
6.4.2 计算结果保留三位有效数字。

7 精密度

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

AA

附录 A
(资料性附录)
BHA、BHT、TBHQ 标样的色谱图



说明:

- 1——BHA;
- 2——BHT;
- 3——TBHQ。

图A.1 BHA、BHT、TBHQ 标样的色谱图