



中华人民共和国国家标准

GB/T 22728—2008

化妆品中丁基羟基茴香醚(BHA)和 二丁基羟基甲苯(BHT)的测定 高效液相色谱法

Determination of butylated hydroxyanisole (BHA) and
butylated hydroxytoluene (BHT) in cosmetics—
High performance liquid chromatography

2008-12-31 发布

2009-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 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。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：陈会明、郝楠、于文莲、周新、白桦、刘娟、卢加文。

化妆品中丁基羟基茴香醚(BHA)和二丁基羟基甲苯(BHT)的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中丁基羟基茴香醚(BHA)和二丁基羟基甲苯(BHT)的液相色谱测定方法。

本标准适用于固体、膏状和液体化妆品中丁基羟基茴香醚(BHA)和二丁基羟基甲苯(BHT)的测定。

本标准的方法检出限:丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)均为 0.005%。

2 原理

用甲醇超声提取化妆品中的 BHA、BHT,离心分离,取上清液过滤,滤液经配有紫外检测器的高效液相色谱仪检测,外标法定量。

3 试剂与材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为二次去离子水或重蒸水。

3.1 甲醇

优级纯或者色谱纯。

3.2 标准品

BHA,纯度不小于 98%(其中 3-BHA,纯度不小于 90%;2-BHA,纯度不大于 8%);BHT,纯度不小于 99%。

3.3 标准储备液

BHA 的标准储备液:准确称取 BHA 标准品 0.1 g,精确至 1 mg,用甲醇溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,甲醇定容,振荡均匀,即得 BHA 质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

BHT 的标准储备液:准确称取 BHT 标准品 0.1 g,精确至 1 mg,用甲醇溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,甲醇定容,振荡均匀,即得 BHT 质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 高速离心机:不小于 15 000 r/min。

4.4 注射式样品过滤器:配有有机相滤膜,滤膜孔径 0.45 μm 。

4.5 锥形瓶:具磨口塞,50 mL。

4.6 容量瓶:100 mL、25 mL。

5 测定

5.1 试样处理

5.1.1 固体、膏状化妆品:称取化妆品 0.5 g(精确到 1 mg)于 50 mL 锥形瓶中,加入甲醇 25.00 mL,超声提取 20 min,以 12 000 r/min 高速离心 15 min,上清液过 0.45 μm 滤膜,滤液供测试。

5.1.2 液体化妆品:称取液体化妆品(香水、爽肤水等)0.5 g(精确到1 mg)于25 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度,充分摇匀,上清液过0.45 μm滤膜,滤液供测试。

5.2 标准工作曲线的绘制

分别吸取10.00 mL的BHA和BHT标准储备液(3.3)于50 mL容量瓶中,用甲醇定容后摇匀,即得质量浓度为200 μg/mL的混合标准工作溶液,逐级稀释该溶液得到质量浓度为100 μg/mL、50 μg/mL、25 μg/mL、10 μg/mL、5 μg/mL、1 μg/mL的混合标准工作溶液,供高效液相色谱测定,得出标准工作曲线。

5.3 测定步骤

5.3.1 色谱条件

- a) 色谱柱: C₁₈, 5 μm, 250 mm×4.6 mm(内径)或相当者;
- b) 流动相: 甲醇:水(10:1);
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测波长: 278 nm;
- e) 柱温: 室温;
- f) 进样量: 10 μL。

5.3.2 高效液相色谱测定

分别准确吸取样品待测液(5.1)及标准工作溶液(5.2)注入高效液相色谱仪,应用5.3.1规定的色谱条件进行测定。在选定色谱条件下,标准溶液(5.2)按质量浓度由稀至浓顺序依次进样,得到峰面积与质量浓度的标准工作曲线。试样溶液中的BHA、BHT的响应值应在标准工作曲线的线性范围内。在5.3.1规定的色谱条件下,BHA、BHT标准物质的保留时间分别为3.924 min、8.955 min。BHA和BHT标准物质的色谱图参见附录A中图A.1。

5.4 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤(5.1~5.3)同时完成空白试验。

6 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留到小数点后两位,计算结果需扣除空白值。

$$X_i = \frac{c_i \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i——BHA或BHT的含量,%;

c_i——标准曲线查得的BHA或BHT的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——样品稀释后总体积,单位为毫升(mL);

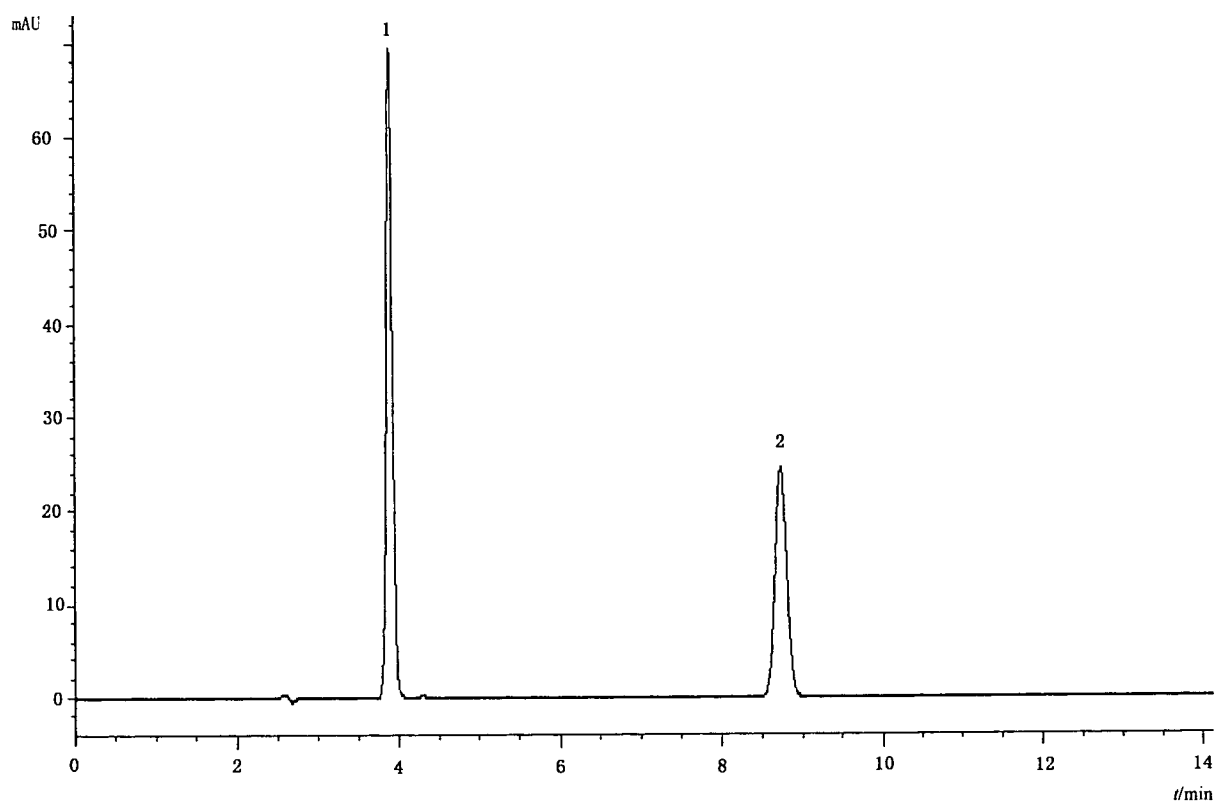
m——样品质量,单位为克(g)。

7 回收率和精密度

添加质量浓度为0.01%~1.00%时,BHA的回收率为93.6%~103.9%,相对标准偏差为0.24%~2.70%;

添加质量浓度为0.01%~1.00%时,BHT的回收率为97.5%~108.5%,相对标准偏差为0.27%~2.29%。

附录 A
(资料性附录)
标准物质色谱图



1——丁基羟基茴香醚(BHA)；
2——二丁基羟基甲苯(BHT)。

图 A.1 BHA、BHT 标准物质高效液相色谱图