



中华人民共和国国家标准

GB/T 29676—2013

化妆品中三氯叔丁醇的测定 气相色谱-质谱法

Determination of chlorobutanol in cosmetics—
Gas chromatography-mass spectrometry

2013-09-06 发布

2014-02-15 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 妆 品 中 三 氯 叔 丁 醇 的 测 定
气 相 色 谱 - 质 谱 法
GB/T 29676—2013

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100013)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 : www.gb168.cn

服 务 热 线 : 010-51780168

010-68522006

2013 年 10 月 第 一 版

*

书 号 : 155066 · 1-47729

版 权 专 有 侵 权 必 究

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:中国检验检疫科学研究院、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人:马强、白桦、王超、肖海清、闫妍、刘茜、丁岚、操卫、沈敏、康薇。

化妆品中三氯叔丁醇的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中三氯叔丁醇的气相色谱-质谱测定方法。
本标准适用于膏霜、水剂、散粉、香波、唇膏类化妆品中三氯叔丁醇的测定。
本标准对于三氯叔丁醇的检出限为 0.15 mg/kg, 定量限为 0.4 mg/kg。

2 原理

试样经溶剂提取, 离心过滤后, 用气相色谱-质谱法测定, 外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有规定, 所用试剂均为分析纯。

- 3.1 甲醇: 色谱纯。
- 3.2 无水乙醇: 色谱纯。
- 3.3 三氯叔丁醇标准物质: 分子式 $C_4H_7Cl_3O$, CAS 号 57-15-8, 纯度不小于 99%, 结构式参见附录 A 的图 A.1。
- 3.4 无水硫酸钠: 经 650 °C 灼烧 4 h 后置于干燥器中。
- 3.5 三氯叔丁醇标准储备溶液: 准确称取适量三氯叔丁醇标准物质(精确至 0.000 1 g), 以无水乙醇(3.2)配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液, 于 4 °C 避光保存, 可使用三个月。
- 3.6 50% 甲醇-无水乙醇溶液: 准确量取 50 mL 甲醇和 50 mL 无水乙醇, 混匀后备用。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱-质谱(GC-MS)仪: 配有电子轰击离子源(EI)。
- 4.2 分析天平: 感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。
- 4.3 离心机: 转速不低于 5 000 r/min。
- 4.4 超声波水浴。
- 4.5 具塞比色管: 10 mL。
- 4.6 具塞锥形瓶: 50 mL。
- 4.7 具塞聚四氟乙烯塑料离心管: 50 mL。
- 4.8 微孔滤膜: 0.45 μm , 有机相。

5 分析步骤

5.1 样品处理

5.1.1 膏霜、水剂、散粉、香波类样品

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 具塞锥形瓶(4.6)中, 加入 20 mL 50% 甲醇-无水乙醇溶