

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

化妆品中甲基二溴戊二腈的测定 气相色谱法

Determination of methyl dibromo glutaronitrile in cosmetics - gas chromatography method

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。

本文件起草单位：***。

本文件主要起草人：***。

引 言

本文件的被测物质是我国《化妆品安全技术规范（2015年版）》规定的禁用原料。

禁用原料是指不得作为化妆品原料使用的物质。《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，国家有限量规定的应符合其规定；未规定限量的，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。

目前我国尚未规定该物质的限量值，本文件的制定，仅对化妆品中测定该物质提供检测方法。

化妆品中甲基二溴戊二腈的测定 气相色谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关规定的条件。

1 范围

本文件描述了化妆品中甲基二溴戊二腈的气相色谱测定方法的原理、试剂和材料、仪器设备、样品制备和试验步骤、试验数据处理、回收率和精密度等内容。

本文件适用于水剂类、乳液类、膏霜类等化妆品中甲基二溴戊二腈的测定。

本文件方法检出限为10.0 mg/kg，定量限为20.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经乙腈超声提取，提取液经正己烷净化、高速离心、过滤后，采用气相色谱测定，外标法定量

5 试剂和材料

除另有规定，所用试剂均为色谱纯。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 乙腈。

5.3 正己烷。

5.4 乙腈饱和的正己烷溶液：量取 20 mL 乙腈（5.2），加入到 50 mL 正己烷（5.3）中，混匀，静置，上层清液备用。

5.5 甲基二溴戊二腈标准品：纯度不小于 98%，标准品的英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量及化学结构式参见附录 A 表 A.1。

5.6 标准储备液（1000 µg/mL）：准确称取标准品（5.5）10 mg（精确至 0.0001 g），置于 10 mL 棕色容量瓶中，用乙腈（5.2）溶解并稀释至刻度，即得质量浓度为 1000 µg/mL 的标准储备液，于 2 °C ~ 8 °C 避光保存，可保存 6 个月。

5.7 滤膜：孔径 0.22 μm ，材质为聚四氟乙烯。

6 仪器设备

- 6.1 气相色谱仪：配有电子捕获检测器（ECD）。
- 6.2 电子天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
- 6.3 漩涡振荡器。
- 6.4 超声波清洗仪：工作频率不低于 40 kHz。
- 6.5 高速离心机：最高转速不低于 10 000 r/min。
- 6.6 容量瓶：10 mL。
- 6.7 移液管或移液器：0.2 mL、1 mL、10 mL 和 20 mL。

7 样品制备和试验步骤

7.1 样品制备

取样前应将样品充分混匀。水剂类样品将样品摇匀后取样；膏霜类、乳液类样品将样品挤出、混匀后取样。

准确称取 0.5 g 试样（精确至 0.001 g）于 25 mL 具塞比色管中，加入 8 mL 乙腈（5.2），漩涡混合混匀，超声提取 10 min，冷却至室温后用乙腈（5.2）定容至 10 mL 刻度。然后加入 5 mL 乙腈饱和的正己烷溶液（5.4），涡旋混匀 1 min，取 2 mL 下层溶液于离心管中，以 10 000 r/min 离心 5 min，经 0.22 μm 滤膜过滤，滤液作为试样溶液备用。

7.2 气相色谱测定参考条件

气相色谱测定参考条件如下：

- a) 色谱柱：（5%-苯基）甲基聚硅氧烷石英毛细管柱，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ，或性能相当者；
- b) 进样口温度：230 $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 进样方式：不分流；
- d) 载气：氮气，纯度 \geq 99.999%；
- e) 流速：1.0 mL/min，控制方式：恒流；
- f) 柱温：初始温度 100 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 2 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 250 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min；后处理温度 230 $^{\circ}\text{C}$ ，时间 3 min。
- g) 进样量：1 μL ；
- h) 检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.3 标准工作曲线绘制

标准工作溶液：用乙腈（5.2）逐级稀释标准储备液（5.6），得到 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作溶液，按色谱条件（7.2）进行测定，以色谱峰的峰面积为纵坐标，与其对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线。

甲基二溴戊二腈标准品溶液的气相色谱图见附录 B 图 B.1。

注：甲基二溴戊二腈通常呈现为 2 个峰，应根据标准溶液出峰情况，以各色谱峰的峰面积之和计算含量。

7.4 试样测定

按色谱条件测定试样溶液（7.1），如果检出目标物质的色谱峰的保留时间与标准品一致，可认定样品中存在目标物质，记录色谱峰的峰面积，以外标法定量。试样溶液中被测物的响应值均应在标准曲线的线性范围之内，超出线性范围的试样溶液可用乙腈（5.2）适当稀释后进行测定。

7.5 空白试验

除不称取试样外，均按7.1~7.2步骤进行测定。

8 试验数据处理

试样中甲基二溴戊二腈含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000} \times k \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中甲基二溴戊二腈的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c ——从标准曲线得到试样溶液中甲基二溴戊二腈的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——加入乙腈溶液定容的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样质量，单位为克 (g)；

k ——超线性范围的稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

9 回收率

在添加浓度为20 mg/kg ~ 200 mg/kg范围内，回收率应在80% ~ 110 %之间。

10 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应超过算术平均值的 10%。

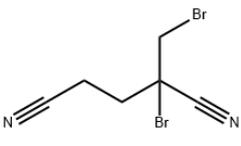
附录 A

(资料性)

甲基二溴戊二腈标准品的信息

甲基二溴戊二腈的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量及化学结构式见表A.1。

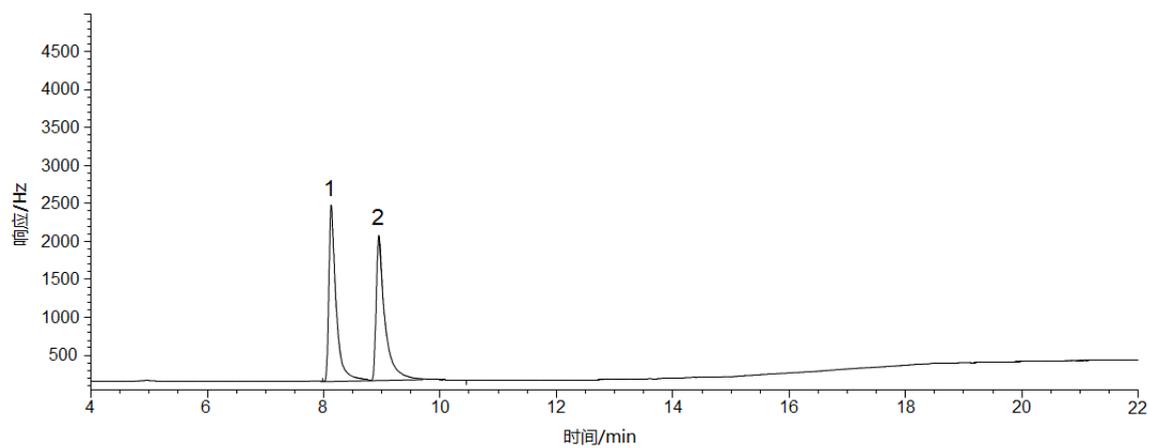
表 A.1 甲基二溴戊二腈标准品的信息

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量	化学结构式
甲基二溴戊二腈	Methyldibromoglutaronitrile	35691-65-7	$C_6H_6Br_2N_2$	265.93	

附录 B
(资料性)

甲基二溴戊二腈标准溶液的色谱图

甲基二溴戊二腈标准溶液的气相色谱图见图 B.1



1——(-)-甲基二溴戊二腈；2——(+)-甲基二溴戊二腈

图 B.1 甲基二溴戊二腈标准溶液的气相色谱图