

中华人民共和国国家标准

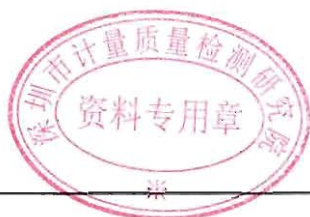
GB/T 24800.13—2009

化妆品中亚硝酸盐的测定 离子色谱法

Determination of nitrite in cosmetics by
ion chromatography method

2009-11-30 发布

2010-05-01 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。

本标准负责起草单位:中国检验检疫科学研究院、上海香料研究所。

本标准主要起草人:王超、武婷、肖海清、马强、席广成、王星、李琼、沈敏。

引 言

无机亚硝酸盐(亚硝酸钠除外,亚硝酸钠允许作为防锈剂使用,限量量为0.2%)是我国《化妆品卫生规范》规定的禁用物质,不得作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中。如果技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,则化妆品成品应符合《化妆品卫生规范》对化妆品的一般要求,即在正常及合理的可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质的限量值。本标准的制定,仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。



化妆品中亚硝酸盐的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中亚硝酸盐的测定方法。

本标准适用于皮肤护理类化妆品中亚硝酸盐的测定。

本标准对于亚硝酸盐的检出限为 0.000 025%，定量限为 0.000 05%。

2 原理

以乙腈作为破乳剂，高速振荡、离心，上清液经超纯水稀释后，过 0.22 μm 的尼龙滤膜和 RP 柱（或 C_{18} 柱）后，溶液注入配有电导检测器的离子色谱仪检测，外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯。

3.1 水：超纯水。

3.2 亚硝酸盐标准液：国家标准物质，储备液在冰箱冷藏保存，可使用两个月。

3.3 亚硝酸盐标准工作溶液：用水将上述标准液（3.2）分别配成 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 一系列浓度的标准工作溶液，现用现配。

4 仪器

4.1 离子色谱仪，配有数字型电导检测器。

4.2 涡旋振荡器。

4.3 超声波清洗器。

4.4 离心机，大于 5 000 r/min。

4.5 溶剂过滤器和 0.22 μm 尼龙滤膜。

4.6 具塞比色管，10 mL。

4.7 RP 柱或 C_{18} 柱，1 mL。

注：RP 柱或 C_{18} 柱使用前需活化：分别用 5 mL 甲醇、10 mL 水活化后，放置 30 min 后即可使用。

5 测定步骤

5.1 样品处理

称取化妆品试样约 2.0 g，精确到 0.001 g，于 10 mL 具塞比色管中，加乙腈定容至刻度，在涡旋振荡器上高速振荡 1 min 后，在离心机上于 6 000 r/min 离心 20 min，取上清液 1 mL 至 10 mL 比色管中，加超纯水定容至刻度，依次通过 0.22 μm 尼龙滤膜，RP 柱（或 C_{18} 柱）后，滤液供测定用。

5.2 测定

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 色谱柱：阴离子交换柱，4 mm \times 250 mm（带 4 mm \times 50 mm 保护柱）；

5.2.1.2 淋洗液：4.5 mmol/L Na_2CO_3 + 1.4 mmol/L NaHCO_3 ；

5.2.1.3 流速：1.0 mL/min；

- 5.2.1.4 柱温：30 ℃；
- 5.2.1.5 抑制器；
- 5.2.1.6 检测器：数字型电导检测器；
- 5.2.1.7 进样量：50 μL。

5.2.2 标准工作曲线绘制

分别移取一系列浓度为 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 的标准工作溶液，按色谱条件(5.2.1)进行测定，以色谱峰的峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线。

标准物质色谱图参见附录 A 的图 A.1。

5.2.3 试样测定

用微量注射器准确吸取试样溶液(5.1)注入离子色谱仪，按色谱条件(5.2.1)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亚硝酸盐的浓度。样品溶液中的亚硝酸盐的响应值均应在仪器测定的线性范围之内。亚硝酸盐含量高的试样可取适量试样溶液用超纯水稀释后进行测定。

5.2.4 定性确认

离子色谱仪对样品进行定性测定时，如果检出亚硝酸盐的色谱峰的保留时间与标准品相一致，则可确认样品中存在亚硝酸盐。

5.3 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行试验测定。

5.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

6 结果计算

结果按式(1)计算(计算结果应扣除空白值)：

$$X_i = \frac{c_i \times V_i}{1\,000m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- X_i ——样品中亚硝酸盐的质量浓度，%；
- c_i ——标准曲线查得亚硝酸盐的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- V_i ——样品稀释后的总体积，单位为升(L)；
- m ——样品质量，单位为克(g)。

7 方法检出限与定量限

亚硝酸盐的检出限为 0.000 025%，定量限为 0.000 05%。

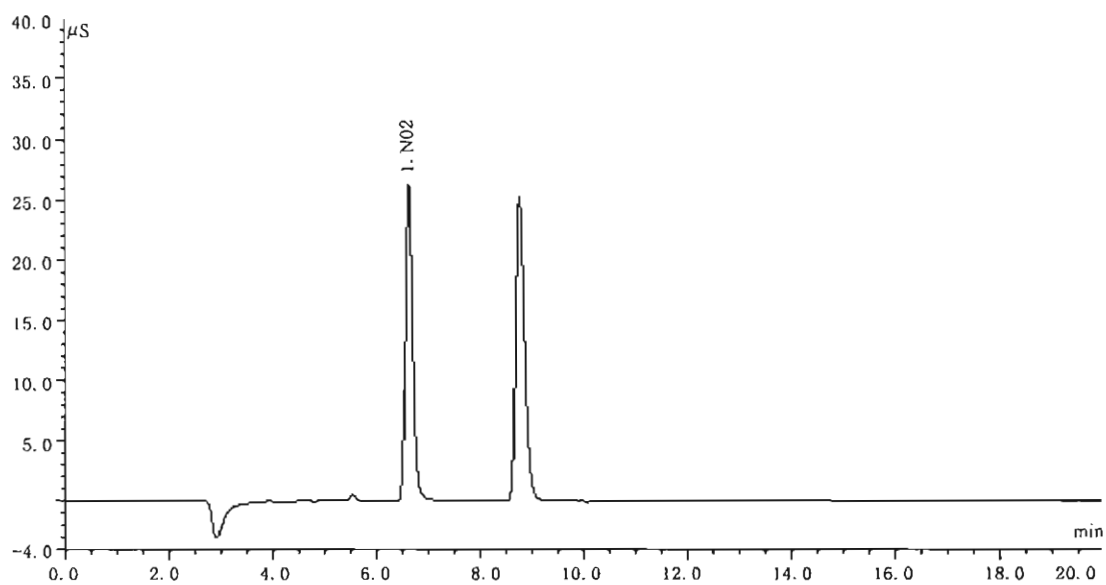
8 回收率与精密度

在添加浓度 0.000 125%~0.005% 浓度范围内，回收率在 85%~110% 之间，相对标准偏差小于 10%。

9 允许差

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
(资料性附录)
标准物质的离子色谱图



1——亚硝酸盐(6.60 min)。

图 A.1 亚硝酸盐的离子色谱图