



中华人民共和国国家标准

GB/T 29660—2013

化妆品中总铬含量的测定

Determination of chromium in cosmetics

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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：上海市日用化学工业研究所(国家香料香精化妆品质量监督检验中心)(第一法)
大连市产品质量监督检验所(国家日化产品质量监督检验中心)(第二法)等。

本标准主要起草人：赵彤、徐颖虹、武晓剑、毛希琴、林燕、沈敏、姜俊、李安、郑顺利、李海燕。

化妆品中总铬含量的测定

1 范围

本标准规定了用火焰原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体质谱法测定化妆品中总铬含量的方法。

本标准适用于化妆品中总铬含量的测定。当称样量为 1 g 时,火焰原子吸收分光光度法检出限为 0.25 mg/kg,定量限为 0.83 mg/kg;电感耦合等离子体质谱法检出限为 0.005 mg/kg,定量限为 0.015 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 第一法 火焰原子吸收分光光度法



3.1 原理

样品经预处理使铬以离子状态存在于样品溶液中,样品溶液中铬离子被原子化后,基态铬原子吸收来自铬空心阴极灯发出的共振线,其吸光度与样品中铬含量成正比。在其他条件不变的情况下,根据测量被吸收后的谱线强度,与标准系列比较进行定量。

3.2 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.2.1 硝酸($\rho_{20}=1.42$ g/mL),优级纯。

3.2.2 硝酸(2:98,体积分数):取 20 mL 硝酸(3.2.1)加入 980 mL 水中。

3.2.3 过氧化氢[$w(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$]。

3.2.4 辛醇。

3.2.5 国家标准物质水中铬[$\rho(\text{Cr})=0.100$ g/L]。

3.2.6 铬标准溶液[$\rho(\text{Cr})=10$ mg/L]:取国家标准物质水中铬[$\rho(\text{Cr})=0.100$ g/L] 10.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2.2)稀释至刻度。

3.3 仪器和设备

3.3.1 原子吸收分光光度计及其配件。

3.3.2 铬空心阴极灯。

3.3.3 恒温水浴锅。

3.3.4 具塞比色管 25 mL。

3.3.5 容量瓶 25 mL。

3.4 分析步骤

3.4.1 样品预处理

3.4.1.1 浸提法(含蜡质的样品不适合用此方法)

准确称取混匀试样(1 g,精确至 0.000 1 g)置于 25 mL 具塞比色管中。样品如含有乙醇等有机溶剂,则先放入低温水浴中挥发,若为膏霜型样品,可预先在水浴中加热使管壁上样品熔化流入管底部。加入硝酸(3.2.1)5 mL、过氧化氢(3.2.3)2 mL,混匀,如出现大量泡沫,可滴加数滴辛醇(3.2.4)。于沸水浴中加热 2 h。取出后放置至常温,用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白。

3.4.1.2 微波消解法

准确称取混匀试样(0.2 g~1 g,精确至 0.000 1 g)置于微波消解罐,含乙醇等挥发性原料的化妆品如香水、摩丝、沐浴液、染发剂、精华素、刮胡水、面膜等,则先放入 100 °C 恒温水浴上挥发(不得蒸干),油脂类和膏粉类等干性物质,如唇膏、睫毛膏、眉笔、胭脂、唇线笔、粉饼、眼影、爽身粉、痱子粉等,取样后先加水 0.5 mL~1 mL,润湿摇匀。样品或经预处理的样品,加入硝酸(3.2.1)6 mL,再加入过氧化氢(3.2.3)2 mL,轻轻摇匀使样品充分浸没,盖紧消解罐的上盖,同时做试剂空白样。微波消解条件参见附录 A。待冷却至室温后,打开微波消解罐,于电热板上(120 °C~160 °C)赶酸至 1 mL 左右,用水洗涤消解罐 3~4 次,洗液合并于 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀备用。

3.4.2 标准曲线的制备

分别移取铬标准溶液(3.2.6)1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL,分别置于 25 mL 容量瓶中用硝酸(3.2.2)定容至刻度,混匀待测。该标准系列浓度分别为 0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、2.0 mg/L、2.8 mg/L。以吸光度为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。

3.4.3 测定

将原子吸收分光光度计调试到最佳状态后,火焰原子吸收仪器条件参见附录 B。分别测定铬校准曲线系列、空白和样品溶液。

3.5 结果计算

按式(1)计算试样中铬含量:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 试样中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c₀ —— 试剂空白液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 试样定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

3.6 回收率和精密度

在添加浓度 0.8 mg/L~2.0 mg/L 浓度范围内,回收率在 85.4%~103.1%之间,相对标准偏差为 1.5%~2.7%。

3.7 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得超过算术平均值的 10%。

4 第二法 电感耦合等离子体质谱法

4.1 原理

试样经酸消解后,用电感耦合等离子体质谱仪测定,内标法定量。

4.2 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2.1 硝酸($\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$):优级纯。

4.2.2 硝酸(2:98,体积分数)优级纯:取 20 mL 硝酸(4.2.1)加入 980 mL 水中。

4.2.3 过氧化氢[$w(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$]:优级纯。

4.2.4 国家标准物质水中铬[$\rho(\text{Cr})=0.100\text{ g/L}$]。

4.2.5 铬标准使用液(1.00 mg/L):吸取 1.00 mL 铬元素标准溶液(4.2.4)置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(4.2.1),用水稀释至刻度,该溶液每升含 1.00 mg 铬。

4.2.6 铬标准使用液(0.100 mg/L):吸取 10.0 mL 铬标准溶液(4.2.5),置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.2.2)稀释至刻度。

4.2.7 钪元素标准溶液[$\rho(\text{Sc})=1\,000\text{ mg/L}$]。

4.2.8 钪内标溶液(1.00 mg/L):吸取 1.00 mL 钪标准溶液(4.2.7)置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(4.2.1),用水稀释至刻度。

4.3 仪器和设备

4.3.1 电感耦合等离子体质谱仪。

4.3.2 分析天平,感量 0.1 mg。

4.3.3 微波消解仪。

4.3.4 恒温干燥箱。

4.3.5 恒温电热板。

4.3.6 微波消解罐或高压密闭消解罐。

4.4 分析步骤

4.4.1 样品预处理

4.4.1.1 微波消解法

微波消解同 3.4.1.2,加入 1.00 mL 内标溶液(4.2.8),用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白。

4.4.1.2 高压密闭消解法

准确称取混匀试样(0.2 g~1 g,精确至 0.000 1 g)置于高压密闭消解罐中,含乙醇等挥发性原料的化妆品如香水、摩丝、沐浴液、染发剂、精华素、刮胡水、面膜等,则先放入温度可调的 100 °C 恒温电热板上挥发(不得蒸干),油脂类和膏粉类等干性物质,如唇膏、睫毛膏、眉笔、胭脂、唇线笔、粉饼、眼影、爽身

粉、痼子粉等,取样后先加水 0.5 mL~1 mL,润湿摇匀。加硝酸(4.2.1)6 mL,再加入过氧化氢(4.2.3) 2 mL,盖好内盖,旋紧外盖,置于恒温干燥箱中,145 ℃保持 4 h~5 h。待冷却至室温后,打开高压密闭消解罐,于电热板上(120 ℃~160 ℃)赶酸至 1 mL 左右,用水洗涤消解罐 3~4 次,洗液合并于 50 mL 容量瓶中,加入 1.00 mL 内标溶液(4.2.8),用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白。

4.4.2 标准曲线的制备

吸取铬标准使用液(4.2.6)0 mL、0.50 mL;吸取铬标准使用液(4.2.5)0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,同时加入 1.0 mL 内标溶液(4.2.8),用硝酸(4.2.2)定容至刻度。此标准系列浓度为 0 mg/L、0.001 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.020 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L。

4.4.3 测定

调谐仪器参数,依次测定标准曲线和试样溶液,待测元素及内标元素测定质量数见表 1,电感耦合等离子体质谱仪器条件参见附录 B。

表 1 测定元素质量数

元素名称	质量数	主要干扰离子
铬(Cr)	52	⁴⁰ Ar、 ¹² C
	53	³⁷ Cl、 ¹⁶ O
钪(Sc)	45	—

4.5 结果计算

按式(2)计算试样中铬含量:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

.....(2)

式中:

X —— 试样中铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 试样中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c₀ —— 试剂空白液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 试样定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.6 回收率和精密度

在添加浓度 0.25 mg/kg~20 mg/kg 浓度范围内,回收率在 91.6%~103.8%之间,相对标准偏差小于 10%。

4.7 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大于其算术平均值的 10%。



附 录 A
(资料性附录)
微波消解条件

A.1 微波消解条件见表 A.1。

表 A.1 微波消解条件

升温档	温度(℃)	保留时间(min)
1	100	5
2	140	15
3	200	10

附 录 B

(资料性附录)

火焰原子吸收仪器和电感耦合等离子体质谱仪器参考条件

B.1 火焰原子吸收仪器参考条件

火焰原子吸收仪器参考条件如下:

- a) 波长:357.9 nm;
- b) 背景校正:采用氘灯扣除背景法;
- c) 乙炔空气比:3:16;
- d) 电流:10 mA~12 mA;
- e) 火焰高度:11 mm;
- f) 重复次数:3。

B.2 电感耦合等离子体质谱仪器参考条件

电感耦合等离子体质谱仪器参考条件如下:

- a) 等离子体流速:15.0 L/min;
 - b) 载气流速:1.20 L/min;
 - c) 等离子体射频功率:1 350 W;
 - d) 采样深度:8.0 mm;
 - e) 重复次数:3。
-