

化妆品中亚硝酸盐的测定

1.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，限量为0.2%）是我国《化妆品卫生规范》中禁用物质，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中时，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使用条件下不得对人体健康产生危害。

本方法采用离子色谱法检测化妆品中的亚硝酸盐。

2.实验部分

2.1 仪器和设备

离子色谱仪（IC1820,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
万分之一分析天平（AE224,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
超声波清洗器；
磁力搅拌器；
离心机：大于 5000 r/min；
C18 小柱、Ag 柱等前处理柱
0.22 μm 针头过滤膜
常规的实验室仪器

2.2 试剂

碳酸钠（优级纯）、 NaNO_2 （优级纯）
超纯水（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega$ ）

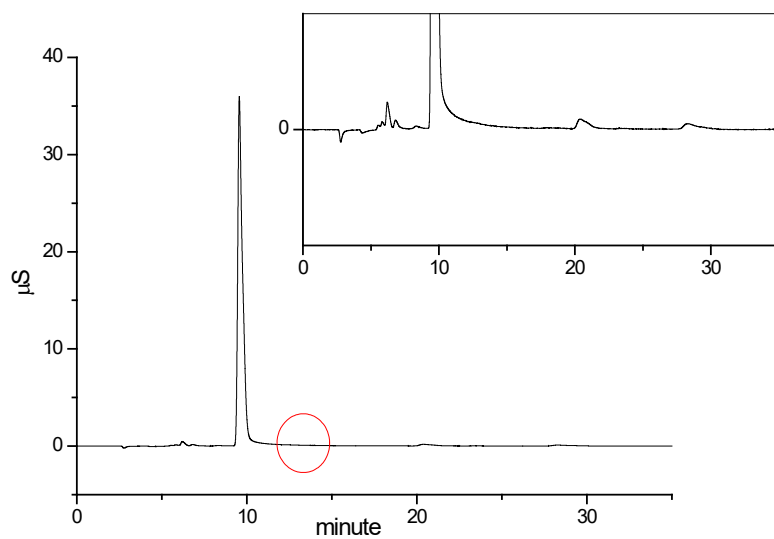
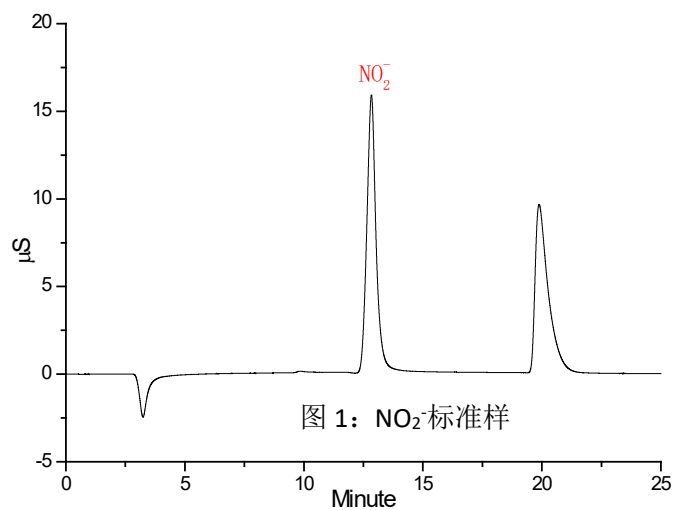
2.3 离子色谱测定条件

色谱柱：阴离子色谱柱，Shodex IC SI-52 4E
流动相：3.6 mM Na_2CO_3 aq.
流速：0.8 mL/min
检测器：抑制型电导检测器（温度，40 $^\circ\text{C}$ ）
抑制器电流：60 mA
柱温：45 $^\circ\text{C}$
进样量：25 μL

2.4 样品预处理

依据国标 GB/T 24800.13-2009，预处理样品，称取化妆品试样 10.0 g（精确到 1 mg）加入到 100 ml 烧杯中，加乙腈定容到 5 mL，磁力搅拌器搅拌 min 后，离心机上于 6000 r/min 下离心 20 min，取上清液 5 mL 超纯水稀释至 50 mL 容量瓶内，依次过 C18 柱、0.22 μm 过滤膜后，取滤液进离子色谱测定（如果样品中 Cl^- 过高，样品还需过 Ag 柱）。

2.5 样品谱图



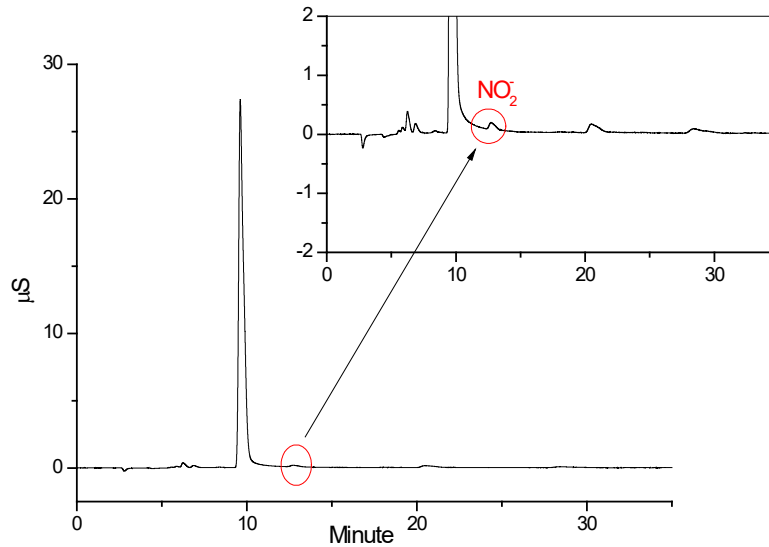


图 3: 某品牌沐浴露加标 1 ppm NO₂⁻

2.6 检测方法

分别测试样品试样和样品加标试样，在相同条件下，分别进行离子色谱仪测定，记录谱图，根据保留时间定性，峰面积定量。

试样空白并未测出 NO₂⁻，对试样进行加标 1 ppm NO₂⁻ 标准样，测得其加标回收率为 95.3%

3. 讨论与结论

膏霜、乳液类的化妆品采用乙腈进行破乳；液体类化妆品直接超纯水稀释。

进样之前样品需过 C18 小柱以除掉大分子有机物，0.22 µm 水系过滤膜以除掉颗粒性杂质，如果样品中 Cl⁻ 含量过高的话，样品还需过 Ag 柱。

结论：采用离子色谱法配置 Shodex IC SI-52 4E 检测化妆品中的亚硝酸盐，预处理简单，快捷有效，准确度高。

注：Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标