



中华人民共和国国家标准

GB/T 33307—2016

化妆品中镍、锑、碲含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of the content of Ni, Sb and Te in cosmetics—
Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

2016-12-13 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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：国家日用小商品质量监督检验中心、浙江倩妃实业有限公司、义乌市检验检疫科学技术研究院、上海市日用化学工业研究所、杭州珀莱雅化妆品股份有限公司、浙江欧诗漫特种化妆品有限公司。

本标准主要起草人：陈德文、金训伦、王旭强、龚越飞、周江、黄康峰、孙淑蓉、张丽华、沈敏。



引 言

本标准中的镍、镉及砷物质是我国《化妆品安全技术规范》(2015年版)规定的禁用组分,不得作为化妆品生产原料及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,则化妆品成分应符合《化妆品安全技术规范》(2015年版)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。

化妆品中镍、锑、碲含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体发射光谱测定化妆品中镍、锑、碲含量的检测方法。

本标准适用于化妆品中镍、锑、碲含量的测定。

本标准方法检出限：镍为 0.06 mg/kg、锑为 0.15 mg/kg、碲为 0.3 mg/kg。

本标准方法定量限：镍为 0.2 mg/kg、锑为 0.50 mg/kg、碲为 1.0 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 方法提要

试样经酸消解后，注入电感耦合等离子体发射光谱仪，由载气带入等离子体，被激发的原子和离子发射出原子谱线和离子谱线，以元素特征谱线的强度测定其含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所有试剂均为优级纯，水应符合 GB/T 6682 规定的要求。

4.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL, 65%)。

4.2 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL, 39%)。

4.3 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL, 35.35%)。

4.4 高氯酸($\rho=1.76$ g/mL, 70%~72%)。

4.5 硝酸(2+98)，移取硝酸(4.1)2 mL，用水稀释至 100 mL。

4.6 镍、锑、碲标准溶液(1 000 mg/L)：直接购买有证标准物质。

4.7 镍、锑、碲混合标准储备液(100 mg/L)：吸取镍、锑、碲(4.6)各 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸(4.5)定容至刻度，混匀。

4.8 镍、锑、碲标准系列工作溶液：取一定量的镍、锑、碲混合标准储备液(4.7)，用硝酸(4.5)逐级配制至镍、锑、碲系列浓度分别为：0 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L。

5 仪器和设备

5.1 高压密闭微波消解仪，配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐[最高耐压 10 342.5 kPa(1 500 psi)，最高耐温 300 °C]。

5.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5.3 分析天平,精度为 0.1 mg。

5.4 玻璃器皿:试验中所用的玻璃器皿均需用 20%的硝酸浸泡 12 h 以上,清洗干净后使用。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 蜡质和膏霜类化妆品:准确称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.1 mg)试样置于微波消解罐内,取样后先加 0.5 mL~1.0 mL 水,润湿摇匀。样品或经预处理的样品,加入 6 mL 硝酸(4.1)和 2 mL 过氧化氢(4.2)浸泡 4 h 以上。参照附录 A 条件消解,消解完毕,取出冷却至 70 °C 左右,打开消解罐,于 120 °C~160 °C 电加热器上赶酸至 1 mL~2 mL 时,用少量水洗涤消解罐数次,洗液合并于 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀备用。

6.1.2 粉质类化妆品:准确称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.1 mg)试样置于微波消解罐内,取样后先加 0.5 mL~1.0 mL 水,润湿摇匀。样品或经预处理的样品,加入 5 mL 硝酸(4.1)、2 mL 过氧化氢(4.2)和 2 mL 氢氟酸(4.3)浸泡 4 h 以上。参照附录 A 条件消解,消解完毕,取出冷却至 70 °C 左右,打开消解罐,加入 1 mL 高氯酸以去除多余氢氟酸,放入 120 °C~160 °C 电加热器上赶酸至 1 mL~2 mL 时,用少量水洗涤消解罐数次,洗液合并于 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀备用。

6.1.3 液体化妆品:准确称取 0.2 g~0.5 g 试样(精确至 0.1 mg)置于微波消解仪的压力罐内罐,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,则先放入温度可调的恒温电加热器(温度不得高于 100 °C)或水浴上挥发(不得蒸干)。样品或经预处理的样品,加入硝酸 6 mL(4.1),参照附录 A 条件消解,消解完毕,取出冷却至 70 °C 左右,打开消解罐,于 120 °C~160 °C 电加热器上赶酸至 1 mL~2 mL 时,用少量水洗涤消解罐数次,洗液合并于 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀备用。

6.1.4 上述消解溶液如果有沉淀或出现浑浊现象,上机测试前需过滤或离心处理。

6.2 空白试验

除不加样品外,均按上述步骤进行。

6.3 仪器条件

参照附录 B 给出的目前常用的型号仪器的参考条件,或按仪器手册有关方法及通过实验优化来确定。

6.4 测定

6.4.1 绘制校准曲线

待仪器稳定后,参照附录 B 和附录 C 的仪器工作条件,按浓度由低至高依次测定标准系列工作溶液(4.8),绘制校准曲线,各元素校准曲线的线性相关系数应不小于 0.999 9。

6.4.2 测定

在相同条件下测量试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和样品溶液的谱线强度值,仪器给出样品溶液中待测元素的浓度值。如果样品溶液中某元素的浓度超出校准曲线的线性范围,则应对样品溶液用硝酸(4.5)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定该元素。

7 结果计算

各试样元素 i 的含量,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(C_i - C_{i0}) \times V \times F \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i ——试样元素 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_i ——试样消解液中被测元素 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C_{i0} ——空白溶液中被测元素 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样消解液的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

F ——试样消解液稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

8 回收率和精密度

镍、锑、碲的添加浓度在 1.0 mg/kg~25.0 mg/kg 浓度范围内,加标回收率在 80%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

9 允许差

重复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%。



附 录 A
(资料性附录)
高压密闭微波消解程序

根据消解样品的个数,选用适当的消解功率,微波消解样品的温度控制程序如表 A.1 所示。

表 A.1 高压密闭微波消解温度控制程序

升温档	温度/℃	保持时间/min
1	120	10
2	190	20



附 录 B
(资料性附录)
仪器工作条件

ICAP 6000 型号电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件见表 B.1。

表 B.1 仪器的参考工作条件

仪器参数	设定值
入射功率/W	1 150
蠕动泵转速/(r/min)	50
辅助气流量/(L/min)	0.5
雾化气流量/(L/min)	0.7
冷却气流量/(L/min)	12
积分时间(短波部分)/s	15
积分时间(长波部分)/s	10
积分次数	3

附录 C
(资料性附录)
元素分析的参考波长

元素分析的参考的波长见表 C.1。



表 C.1 元素分析的参考的波长

单位为纳米

元素	参考分析波长
镍(Ni)	231.604
锑(Sb)	206.833
碲(Te)	214.281