



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3528—2013

进出口化妆品中亚硫酸盐和 亚硫酸氢盐类的测定 离子色谱法

Determination of sulfite and bisulfite in cosmetics for import and export—
Ion chromatographic method

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国湖北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：胡巧茹、杨丽君、吕朋、王静、徐成钢、时文春、李妍。

进出口化妆品中亚硫酸盐和亚硫酸氢盐类的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了进出口化妆品中亚硫酸盐和亚硫酸氢盐类含量[通过亚硫酸钠(Na_2SO_3)折算,总量以二氧化硫计]的离子色谱测定方法。

本标准适用于润肤露、洁面乳、洗发水、防晒霜、卸妆液、按摩膏、面膜中亚硫酸盐和亚硫酸氢盐类含量的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样中的亚硫酸盐及亚硫酸氢盐经乙腈提取、离心及净化后,以氢氧化钾溶液为淋洗液,阴离子交换柱分离,电导检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

4 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.1 亚硫酸钠(sodium sulfite,分子式: Na_2SO_3 ,CAS No.:7757-83-7):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.2 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

4.3 甲醛(HCHO ,含量 37.0%~40.0%):优级纯。

4.4 亚硫酸钠标准溶液(含量以二氧化硫计):称取 0.5 g 的亚硫酸钠(4.1),置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度。标准溶液的标定方法见附录 A。

4.5 亚硫酸钠标准储备液(含量以二氧化硫计):准确移取亚硫酸钠标准溶液(4.4)40 mL 至 100 mL 容量瓶中,加入 1.5 mL 甲醛(4.3),并用水稀释至刻度,摇匀。0℃~4℃下避光密封保存,有效期 1 个月。

4.6 亚硫酸钠标准使用液(含量以二氧化硫计):准确移取亚硫酸钠标准储备液(4.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。现用现配。

4.7 尼龙滤膜:0.22 μm 。

4.8 RP 柱(1.0 mL),或性能相当的能去除有机物质的前处理小柱,使用前依次用 5 mL 甲醇(色谱纯)、10 mL 水活化,放置 30 min 后使用。

5 仪器和设备

- 5.1 离子色谱仪:配电导检测器。
- 5.2 离心机:转速不低于 6 000 r/min。
- 5.3 涡旋振荡器。
- 5.4 分析天平:感量 0.1 mg、0.01 g。
- 5.5 具塞比色管:10 mL。

6 分析步骤

6.1 试样处理

称取 2 g(精确至 0.01 g)样品,置于 10 mL(V_1)具塞比色管中,加入 1 mL 甲醛(4.3),用乙腈(4.2)稀释至刻度,涡旋混匀 2 min,以 6 000 r/min 的转速离心 5 min。准确移取上层清液 0.50 mL(V_2)至 10 mL (V_3)具塞比色管中,用水稀释至刻度并混匀。取上述溶液适量,依次过 0.22 μ m 滤膜,RP 柱或性能相当者,弃去前 3 mL 滤液,收集后面滤液供离子色谱仪测定。可根据样品中二氧化硫含量情况,用水适当稀释待测样品溶液。

6.2 色谱分析条件

- 6.2.1 色谱柱:氢氧化物选择性,可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱,如 Ion Pac® AS 11-HC 型分离柱 4 mm $\times$ 250 mm(配备 Ion Pac® AG 11-HC 型保护柱 4 mm $\times$ 50 mm),或性能相当的离子色谱柱。
- 6.2.2 柱温箱温度:30 $^{\circ}$ C。
- 6.2.3 淋洗液:氢氧化钾溶液,浓度为 8 mmol/L~40 mmol/L,采用自动淋洗液发生器 OH⁻ 型自动配制,梯度淋洗,淋洗液 OH⁻ 浓度见表 1。

表 1 淋洗液 OH⁻ 浓度表

时间 min	流速 mL/min	OH ⁻ 浓度 mmol/L
0.0~25.00	1.20	8.0
25.00~26.00	1.20	8.0~40.0
26.00~34.00	1.20	40.0
34.00~39.00	1.20	8.0

- 6.2.4 抑制器:ASRS 4 mm 阴离子抑制器,或选用其他具有相同功能的抑制器;外加水抑制模式,抑制电流 119 mA。
- 6.2.5 淋洗液流速:1.2 mL/min。
- 6.2.6 进样体积:100 μ L。
- 6.2.7 检测器:电导检测器。

6.3 绘制标准曲线

取亚硫酸钠标准使用液(含量以二氧化硫计)(4.6),根据需要用水稀释制取系列标准工作溶液(参考线性范围为 0.1 μ g/mL~20 μ g/mL),按色谱分析条件(6.2),由低到高浓度依次进样测定。根据所

得色谱图,以二氧化硫的浓度为横坐标,以峰面积(或峰高)响应值为纵坐标,绘制标准曲线,并计算线性回归方程。典型离子色谱图参见附录 B。

6.4 样品分析

将样品溶液按色谱分析条件(6.2)进行测定,记录色谱图。根据二氧化硫保留时间定性,测量样品溶液的峰面积(或峰高)响应值,采用外标法定量。样品溶液中二氧化硫的响应值应在标准线性范围内。

6.5 空白试验

随同试样进行空白试验。

7 结果计算

试样中二氧化硫的含量按式(1)计算,计算结果保留三位有效数字:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1 \times V_3 \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中二氧化硫的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c —— 样品溶液中二氧化硫的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c₀ —— 空白溶液中二氧化硫的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₁ —— 样品用乙腈提取时定容体积,单位为毫升(mL);
- V₃ —— 提取液用水稀释时定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- V₂ —— 用水稀释时移取提取液的体积,单位为毫升(mL)。

8 测定低限

本方法对化妆品中亚硫酸盐和亚硫酸氢盐类(以二氧化硫计)的测定低限为 10 mg/kg。

9 回收率与精密度

样品添加回收率及精密度实验数据参见附录 C。

附录 A

(规范性附录)

亚硫酸钠标准溶液的标定

A.1 方法提要

以碘量法间接测定亚硫酸钠标准溶液(以二氧化硫计)的浓度。碘与亚硫酸钠发生氧化还原反应,以淀粉作指示剂,再以硫代硫酸钠滴定过量的碘,测定亚硫酸钠(以二氧化硫计)的含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 碘(I_2):分析纯。

A.2.2 碘化钾(KI):分析纯。

A.2.3 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$):分析纯。

A.2.4 冰乙酸(CH_3COOH):分析纯。

A.2.5 碘溶液[$c(\frac{1}{2}I_2)=0.1\text{ mol/L}$]:称取 13 g 碘(A.2.1)及 35 g 碘化钾(A.2.2)溶于 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。

A.2.6 硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L):按 GB/T 601 制备并标定。

A.2.7 淀粉指示剂(1%):称取 1 g 可溶性淀粉,用少许水调成糊状,缓缓倾入 100 mL 沸水中。随加随搅拌,煮沸,放冷备用,此溶液临用时现配。

A.3 滴定

移取 10.00 mL 现配的亚硫酸钠标准溶液(4.4)至碘量瓶中,加水 100 mL,准确加入 20.00 mL 碘溶液(A.2.5)、5 mL 冰乙酸(A.2.4),摇匀,于暗处放置 2 min 后,迅速用硫代硫酸钠标准溶液(A.2.6)滴定至淡黄色,加 0.5 mL 淀粉指示剂(A.2.7),继续滴定至无色。另取 100 mL 水,准确加入 20.00 mL 碘溶液(A.2.5)、5 mL 冰乙酸(A.2.4),按同一方法做试剂空白试验。

A.4 计算

亚硫酸钠标准溶液(以二氧化硫计)的浓度按式(A.1)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 32.03}{10} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X ——亚硫酸钠标准溶液(以二氧化硫计)的浓度,单位为克每升(g/L);

V_0 ——试剂空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——加入亚硫酸钠消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

32.03——与 1 mol 硫代硫酸钠相当的二氧化硫的克数。

附录 B
(资料性附录)
标准溶液离子色谱图

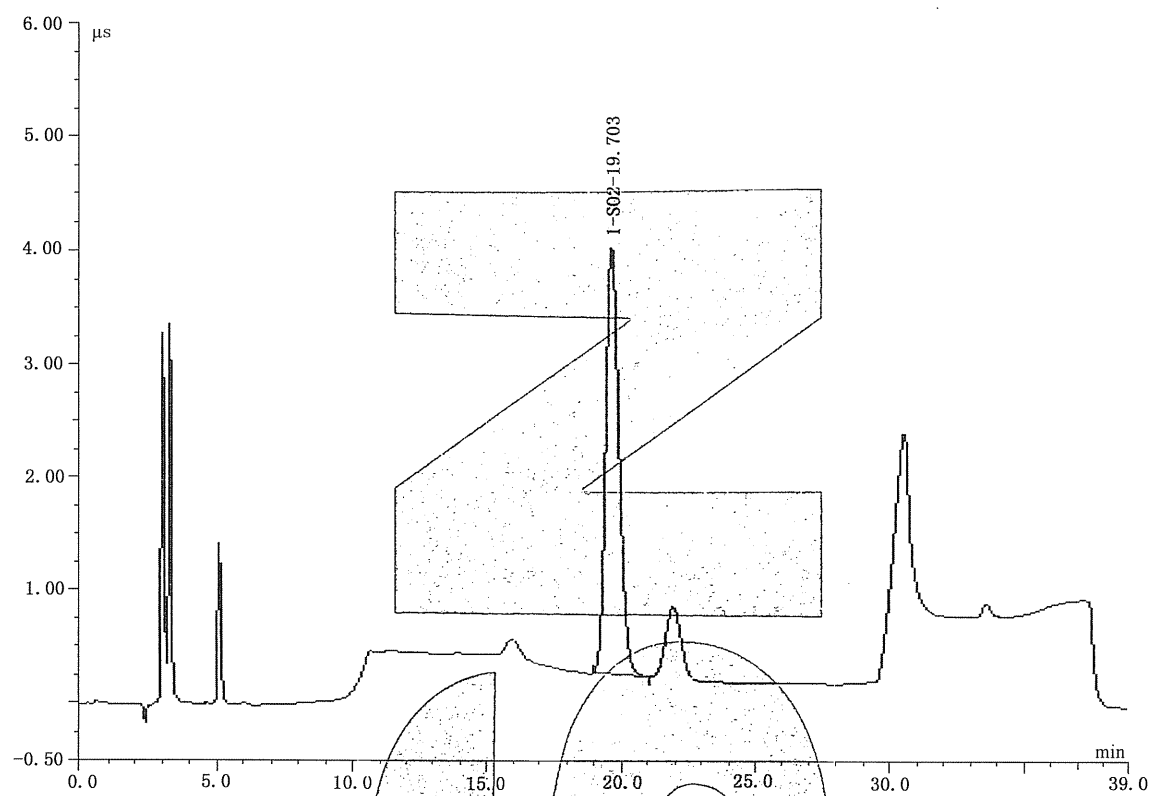


图 B.1 亚硫酸钠标准溶液的离子色谱图(5 mg/L)

附 录 C
(资料性附录)
回收率与精密度实验数据

表 C.1 回收率与精密度实验数据表

样品名称	亚硫酸钠添加浓度(以二氧化硫计) mg/kg	回收率范围 %	相对标准偏差 %
婴儿润肤露	10	92.0~97.0	1.90
	100	89.7~97.6	2.54
	1 000	89.5~98.0	3.18
保湿按摩膏	10	91.0~96.0	1.96
	100	93.4~98.5	1.91
	1 000	91.0~95.0	1.59
唇部卸妆液	10	83.0~87.0	1.97
	100	82.5~89.7	2.97
	1 000	92.5~99.5	3.41
美白面膜	10	89.0~93.0	1.59
	100	96.7~102.6	2.31
	1 000	93.5~98.5	1.91
保湿洁面乳	10	82.0~92.0	2.15
	100	89.6~96.4	2.41
	1 000	89.5~99.0	3.33
洗发水	10	82.0~89.0	3.99
	100	90.5~97.2	2.69
	1 000	88.0~96.0	2.86
儿童防晒霜	10	85.0~92.0	2.82
	100	85.4~89.3	1.54
	1 000	82.5~91.0	3.75

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口化妆品中亚硫酸盐和
亚硫酸氢盐类的测定 离子色谱法
SN/T 3528—2013

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

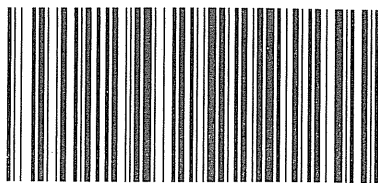
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013年9月第一版 2013年9月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25920 定价 16.00 元



SN/T 3528-2013