



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3608—2013

进出口化妆品中氟的测定 离子色谱法

Determination of fluorine in import and export cosmetics—
Ion chromatographic method

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009、GB/T 20001.4—2001 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：中华人民共和国内蒙古出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张春艳、潘国卿、卢华卫、郑书展、白国涛、刘来俊。

进出口化妆品中氟的测定 离子色谱法

1 范围

本方法规定了进出口化妆品中氟的离子色谱测定方法。

本方法适用于牙膏、漱口水、白牙素、口气清新剂等化妆品中氟的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

用碱固定试样中的氟,经高温灰化,除去有机杂质,将样品中的氟转化为盐的形式,在中性或弱碱性条件下,用离子交换色谱-电导检测器测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,实验用水为符合 GB/T 6682 要求的一级水或电导率达到 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水。

4.1 氢氧化钾(KOH):优级纯,临用前研碎。

4.2 碳酸钠(Na_2CO_3)。

4.3 碳酸氢钠(NaHCO_3)。

4.4 碳酸钠溶液(0.5 mol/L):取 53.0 g 碳酸钠(4.2)用水溶解定容至 1 L。

4.5 碳酸氢钠溶液(0.5 mol/L):取 42.0 g 碳酸氢钠(4.3)用水溶解定容至 1 L。

4.6 1.0 mmol/L 碳酸钠和 1.0 mmol/L 碳酸氢钠混合溶液:取 0.5 mol/L 碳酸钠(4.4)2 mL 和 0.5 mol/L 碳酸氢钠(4.5)2 mL 于 1 000 mL 的容量瓶,用水定容至刻度,混匀。

4.7 3%硫酸溶液:量取 30 mL 浓硫酸,缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却,摇匀。

4.8 氟化钠(NaF):纯度 99%以上。

4.9 氟标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 0.221 0 g 经 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干 4 h 冷却至室温的氟化钠(4.8),溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。储于高密度聚乙烯瓶中 4°C 下保存,或使用具有可追溯性的标准储备液。

4.10 氟标准使用液(100 mg/L):吸取 10.00 mL 氟标准储备液(4.9)置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。

4.11 氟标准工作液:采用逐级稀释法吸取氟标准使用液(4.10),根据样品含量可分别配成 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 任一(等)合适浓度范围的标准曲线。

4.12 Anpelclean™ IC-H 阳离子交换柱或相当者:1 mL,柱容量为 2.0 mmol。使用前上接 3 mL 注射器,用 10 mL 水洗至 pH 值为 5~6。对使用过的 H 型阳离子交换柱可重复使用,但必须清洗并转化为

H 型。其清洗转化步骤依次为,用 6 mL 水洗,用 3 mL 甲醇洗、再用 6 mL 水洗,再加入 3% 硫酸 3 mL,使其充满柱体,保持 2 h 以上,再用水洗至 pH 值为 5~6 即可。

4.13 0.22 μm 水性滤膜。

5 仪器

5.1 离子色谱仪:配电导检测器。

5.2 镍坩埚:50 mL。

5.3 高温电炉。

5.4 固相萃取装置。

5.5 电热板。

5.6 电子天平:感量 0.001 g 和 0.000 1 g。

6 试样的制备与保存

6.1 试样的制备

若为水样样品,用力混匀;若为膏状黏稠样品,应使用匀浆机混匀;

6.2 试样保存

试样置于(0~4)℃的冰箱中保存。

7 测定步骤

7.1 样品处理

称取样品 0.1 g(精确到 0.001 g),置于镍坩埚中,加 1.0 g 已研磨的氢氧化钾(4.1),使其均匀分布,低温碳化约 30 min 后,移入高温炉中,550℃灰化 30 min,取出,放冷。于坩埚中加 20 mL 水,溶解试样,将此溶液转移至 50 mL 容量瓶中,再用水分数次洗涤坩埚,并入容量瓶,用水定容,混匀,备用。

7.2 净化

将上述溶液转移到已活化好的 Anpelclean™ IC-H 阳离子交换柱,控制流速为 2 mL/min,弃去前 2 mL 流出液,收集其后的 2 mL~3 mL 流出液,过 0.22 μm 滤膜,待测。

7.3 测定

7.3.1 仪器参考条件

7.3.1.1 色谱柱:碳酸盐体系阴离子交换柱,如 Dionex IonPac®AS14A,250 mm×4 mm(内径)或性能相当的离子色谱柱。

7.3.1.2 流动相:1.0 mmol/L Na_2CO_3 +1.0 mmol/L NaHCO_3 (4.6)。

7.3.1.3 流速:1.0 mL/min。

7.3.1.4 柱温箱温度:30℃。

7.3.1.5 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置。

7.3.1.6 检测器:电导检测器,检测池温度:35℃。

7.3.1.7 进样量:25 μL 。

7.3.2 试样测定

取等体积的试样溶液和标准工作液(4.11),作单点或多点校准,以色谱峰面积分值进行定量。氟离子典型离子色谱图参见附录 A。标准工作溶液及试样溶液中的氟离子响应值在仪器的线性范围之内。

7.4 空白试验

除不加试样外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

8 结果计算

样品中的氟的含量按式(1)计算:

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

式中:

w ——试样中氟的含量,单位为克每千克(g/kg);

c ——试样溶液中氟离子的响应值在标准曲线上对应的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白溶液中氟离子的响应值在标准曲线上对应的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不得超过算术平均值的 10%。

10 测定低限

本方法测定低限为 0.75 g/kg。

附录 A
(资料性附录)
氟离子典型离子色谱图

A.1 离子色谱法测定氟离子典型离子色谱图。

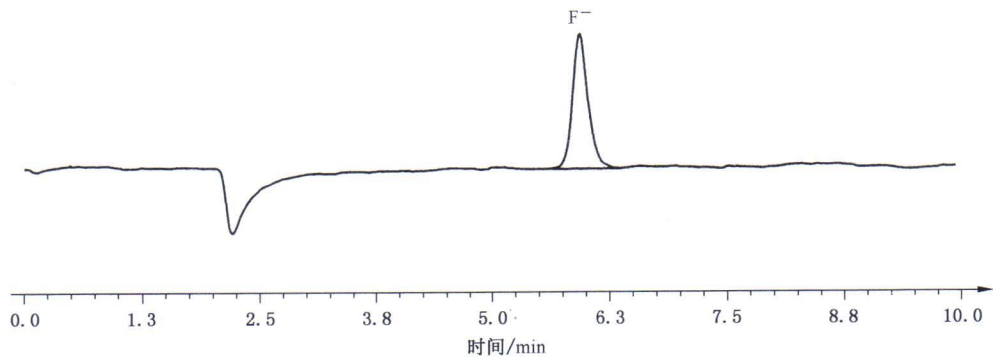


图 A.1 氟离子标准物质色谱图
