

紫外分光光度法测定化妆品中硼酸和硼酸盐的含量

UV-046

摘要：本文参考《化妆品卫生规范》（2007年版）甲亚胺-H分光光度法，分别测定了爽身粉及洗手液中硼酸和硼酸盐的含量。实验结果表明，该方法在0~320 μg范围内线性关系良好， r^2 为0.99968，测定结果精密度RSD为1.73%，回收率在105.5~106.2%之间，该法简单，方便，灵敏度高，适用于化妆品中硼酸及硼酸盐含量的质量检测。

关键词：甲亚胺-H 紫外分光光度法 化妆品 硼酸及硼酸盐

硼酸为无色、无臭、透明的结晶性粉末，硼酸及硼酸盐添加在痱子粉、爽身粉中做防腐剂，由于硼的抑菌作用弱，必须大量使用才能达到防腐目的，这也是造成急性硼中毒的主要原因。一旦被创伤皮肤吸收，可能导致中毒。我国化妆品卫生标准规定化妆品中硼酸最大用

量为3%，口腔用品中为0.5%，三岁以下婴儿用品中禁用。目前硼酸及硼酸盐的比色法测定主要有姜黄素比色法和甲亚胺-H分光光度法。本文参照《化妆品卫生规范》（2007年版）甲亚胺-H分光光度法分别测定了爽身粉及洗手液中硼酸和硼酸盐的含量。

实验部分

1.1 实验原理

样品中硼酸及硼酸盐经提取后，硼与甲亚胺-H形成黄色配合物，其颜色与硼的浓度在一定范围内成线性关系。用分光光度计在波长415 nm，测定样品的吸光度，与标准曲线比较，计算其含量。

1.2 仪器配置

UV-2600（岛津）

10 mm 石英比色皿

1.3 试剂

1.3.1 乙酸-乙酸铵缓冲溶液（pH=6.0）：称取乙酸铵50 g，EDTA二钠4.5 g，加水150 mL溶解，再加冰乙酸3.5 mL，摇匀。

1.3.2 甲亚胺-H溶液（5 g/L）：称取甲亚胺-H 0.5 g，抗坏血酸2.0 g，加水100 mL，微热（<50℃），使之完全溶解。现配现用。

1.3.3 盐酸（1+9）：取优级纯盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）10 mL，加水90 mL，混匀。

1.3.4 乙醇（1+1）：取无水乙醇100 mL，加水100 mL，混匀。

1.3.5 硼酸标准溶液 [ρ (H₃BO₃) =1000 mg/L]：移取无水硼酸（H₃BO₃）0.50 g于250 mL烧杯中，加水溶解。转移至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，置于聚乙

烯瓶中。

1.3.6 硼酸标准使用液 [ρ (H₃BO₃) =20 mg/L]：移取硼酸标准溶液1.0 mL于50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，置于聚乙烯瓶中。

测定步骤

2.1 标准曲线绘制

移取硼酸标准使用溶液0、1.00、2.00、4.00、8.00、16.00 mL（分别相当于0、20.0、40.0、80.0、160.0、320 μg硼酸）、10 mL样品溶液和空白溶液，置于25 mL比色管中，加水至10 mL。分别加入乙酸-乙酸铵缓冲溶液8 mL，摇匀。再加入甲亚胺-H溶液8.0 mL，摇匀。室温下反应80 min，定容至100 mL。于415 nm下，1 cm比色皿，以水做参比，测定吸光度。绘制吸光度-质量曲线。

2.2 样品前处理

2.2.1 准确称取爽身粉1.0 g置于100 mL容量瓶中，加适量水激烈振摇3 min，再加水定容至刻度，摇匀，离心，过滤。弃去初滤液，续滤液作待测样品溶液。同法制备样品空白。

2.2.2 准确称取洗手液1.0 g置于100 mL容量瓶中，加适量乙醇（1.3.4）激烈振摇，再用乙醇定容至刻度，摇

匀，离心。取澄清液为样品溶液。同法制备样品空白。

实验结果

3.1 标准曲线

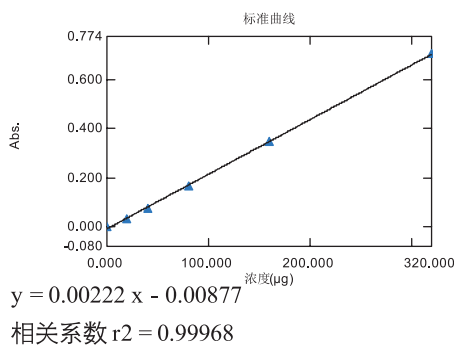


图1 工作曲线图

在 0 ~ 320 μg 浓度范围内，硼酸含量与吸光度值有着良好的线性关系，相关系数 $r^2 = 0.99968$ 。

3.2 样品测定结果

硼酸及硼酸盐含量按下式计算：

$$\omega(\text{H}_3\text{BO}_3) = \frac{(m_1 - m_0) * V}{m * V_1}$$

$\omega(\text{H}_3\text{BO}_3)$ --- 样品中硼酸的质量分数，μg/g；

m_1 --- 测试溶液中硼酸的质量，μg；

m_0 --- 空白溶液中硼酸的质量，μg；

V --- 样品溶液总体积，mL；

V_1 --- 测定时样品溶液吸取量，mL；

m --- 样品取样量，g。

测定 1# 爽身粉、2# 洗手液样品，结果如下：

表1 样品测定结果

样品名称	称样量 (g)	取样体积 (mL)	空白值 (μg)	测定值 (μg)	含量 (μg/g)
1#	1.06	10	3.9	4.0	0.10
2#	1.10	10	3.9	3.9	---

3.3 精密度实验及方法检出限

在选定实验条件下对样品连续测定 6 次，计算 RSD 值为 1.73%，对样品空白连续测定 10 次，计算方法检出限为 0.017 μg。

3.4 回收率实验

表2 样品回收率

样品名称	本底量 (μg)	加标量 (μg)	测定值 (μg)	回收率 (%)
1#	0.10	100	105.6	105.5
		100	106.3	106.2

结论

本文参考《化妆品卫生规范》(2007年版)甲亚胺-H分光光度法，分别测定了爽身粉及洗手液中硼酸和硼酸盐的含量。实验结果表明，在 0 ~ 320 μg 范围内线性关系良好， r^2 为 0.99968，测定结果精密度 RSD 为 1.73%，回收率在 105.5 ~ 106.2% 之间，该法简单，方便，灵敏度高，适用于化妆品中硼酸及硼酸盐含量的质量检测。