

Prin-Cen 化妆品中硼酸/硼酸盐检测离子排斥色谱法及 IC-ICPMS 确证法

硼在化妆品中以硼酸、硼酸盐和四硼酸盐的形式存在，具有一定的抗菌防腐作用。但是如果不慎吸入或被创口吸收，可引起急性中毒，出现恶心、腹泻等症状，严重的还可出现昏厥、肾衰竭甚至死亡。所以，化妆品中硼酸和硼酸盐的含量成分需要进行严格的管控。2021年1月22日，中国食品药品检定研究院发布了一份《关于征集化妆品禁用原料目录等意见的通知》，《化妆品监督管理条例》正式实施后，一系列配套文件也将随之而来。按照《化妆品监督管理条例》规定，禁止用于化妆品生产的原料目录由国务院药品监督管理部门制定、公布。未来终版《禁用目录》将作为单独的技术法规文件或者强制性国家标准发布。

禁用物质-----硼酸/硼酸盐在【化妆品安全技术规范】对其的监管要求如下：

法规	组分	限制		
		化妆品	最大允许浓度	其它限制或要求
《化妆品安全技术规范》（中国） Commission Directive 76/768/EEC（欧盟）	硼酸， 硼酸盐和 四硼酸盐	爽身粉	5%（相当于 50g/kg，以硼酸 计）	不得用于3岁以 下儿童使用
		其它产品（沐浴和 烫发产品除外）	3%（相当于 30g/kg，以硼酸 计）	

并于2021年5月1日实施。

硼酸和硼酸盐对应的检测依据及分析方法为：**离子色谱法、IC-ICPMS法（确证法）**

化妆品相关检验方法制修订概况表

序号	方法名称	类型	列为《化妆品安全技术规范》章节内容	同时废止的《化妆品安全技术规范》中原检验方法内容
1	甲基异噻唑啉酮等 23 个组分检验方法	修订	第四章 理化检验方法 4 防腐剂检验方法 4.1 甲基异噻唑啉酮等 23 个组分 4.2 吡硫鎓锌等 19 个组分 4.3 己脒定二（羟乙基磺酸）盐等 7 种组分 4.4 聚氨基丙基双胍 4.5 海克替啶 4.6 硼酸苯汞 4.7 甲酸等 9 种组分 4.8 甲醛 4.9 游离甲醛	第四章 理化检验方法 4 防腐剂检验方法 4.1 苯甲酸 4.2 苯甲酸及其钠盐 4.3 苯氧异丙醇 4.4 苯扎氯铵 4.5 劳拉氯铵、苧索氯铵和西他氯铵 4.7 甲基氯异噻唑啉酮等 12 种组分 4.8 氯苯甘醚 4.9 三氯卡班 4.10 山梨醇和脱氢乙酸 4.11 水杨酸等 5 种组分
	吡硫鎓锌等 19 个组分检验方法			
	己脒定二（羟乙基磺酸）盐等 7 种组分检验方法			
	聚氨基丙基双胍检验方法			
	海克替啶检验方法			
	硼酸苯汞检验方法			
	甲酸等 9 种组分检验方法	序号调整		
	第四章 理化检验方法 4 防腐剂检验方法 4.6 甲醛 第四章 理化检验方法 4 防腐剂检验方法 4.12 游离甲醛（国家药品监督管理局 2019 年第 12 号通告）	序号调整		
2	化妆品中硼酸和硼酸盐检验方法	修订	第四章 理化检验方法 3 限用组分检验方法 3.7 硼酸和硼酸盐	第四章 理化检验方法 3 限用组分检验方法 3.7 硼酸和硼酸盐

1、离子色谱法（离子排阻斥色谱法，与常规的阴阳离子分离和抑制原理有区别）

附件 3

化妆品中硼酸和硼酸盐检验方法

Determination of boric acid and borate in cosmetics

1 范围

本方法规定了离子色谱法测定化妆品中硼酸和硼酸盐的含量。

本方法适用于水剂类、膏霜类、乳液类、粉类、凝胶类等化妆品中硼酸和硼酸盐含量的测定。

2、IC-ICPMS 确证法：

附录 B（资料性附录）

硼酸的结果确证

采用离子色谱-电感耦合等离子体质谱法进行确证。

化妆品中硼酸和硼酸盐检验方法 实验试剂配置及前处理过程

一、试剂准备

- 1、标准溶液：1000ppm 硼酸溶液（中国计量科学研究院）。
- 2、试剂：HCl, 甲醇, 碳酸钠, 甲基磺酸, 四甲基氢氧化铵, 甘露醇。
- 3、耗材：100 mL 塑料具塞比色管, 10 mL 塑料具塞比色管, 0.45um 滤膜, 5ml 注射器, 2ml PP 材质进样小瓶, RP 小柱（填料为聚苯乙烯/二乙烯苯高聚物, 1 cc）、H 柱（填料为 H 型强酸性阳离子交换树脂, 1 cc）、Ag 柱（填料为 Ag 型强酸性阳离子交换树脂, 1 cc）。
- 4、仪器设备：广州谱临晟公司 IC20 离子色谱；硼酸专用抑制器（IEC 型, PrinCen 货号：Sup004）；硼酸专用柱：IEC column for Borate。

IC20 离子色谱：



硼酸专用抑制器：



二、溶液的配制

- 1、流动相配制：3mM 甲基磺酸+60mM 甘露醇。
- 2、标准溶液配置：精密量取硼酸标准储备溶液 1000ppm 适量，用水稀释成浓度为 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 、200 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。

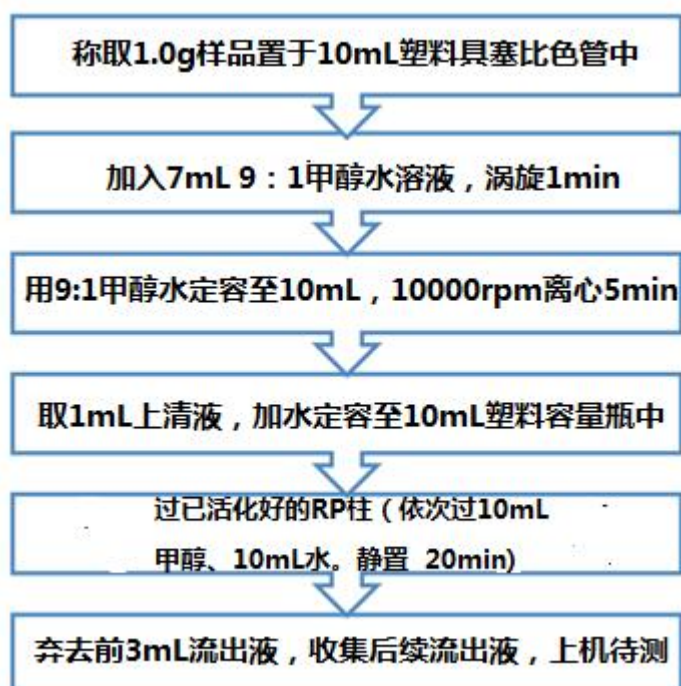
备注：可根据试样实际含量情况，配置标准溶液浓度范围（爽生粉限量为 5%，其他类别为 3%）

三、样品前处理（不同类别化妆品前处理过程）

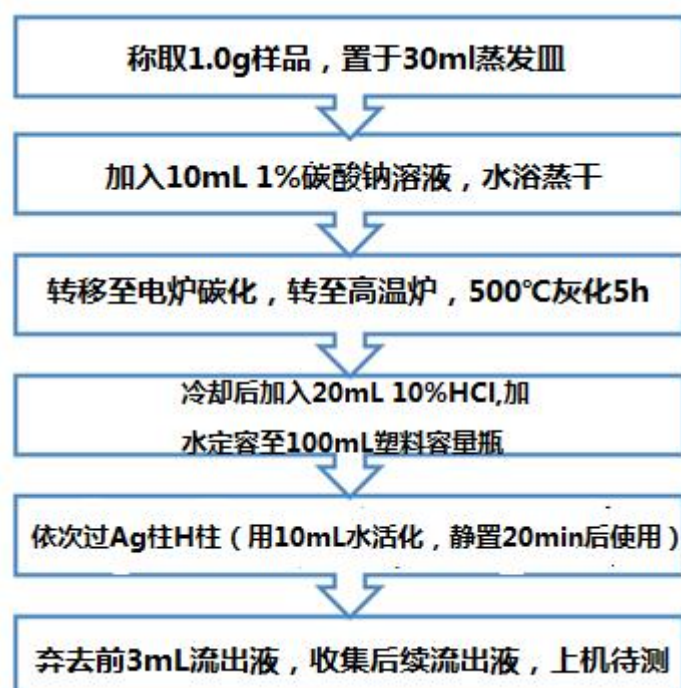
粉类化妆品前处理过程：



水剂类、膏霜类、乳液类、凝胶类前处理过程：



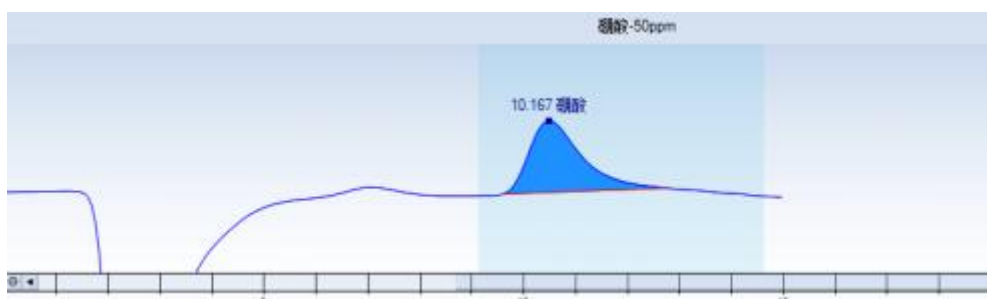
硼酸和硼酸盐总量前处理过程



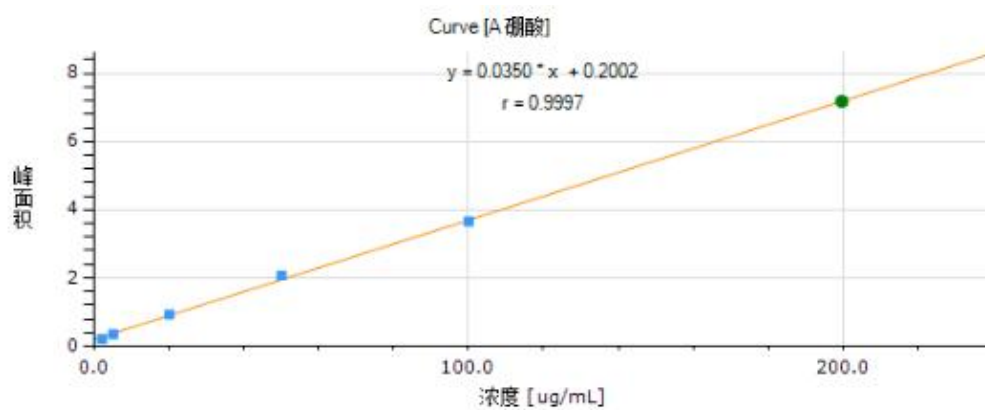
注：1、避免使用玻璃容器，玻璃材质容易引入硼污染；

四、仪器参数

色谱条件		离子色谱参数	
色谱柱	IEC Borate Column	抑制器类型	化学抑制型
流动相	3mM 甲基磺酸+60MM 甘露醇	柱温	30°C
流速	流动相: 1mL/min	化学抑制再生液: 1 mL/min	25 mmol/L 四甲基氢氧化铵+15 mmol/L 甘露醇
进样量	25 μ L	抑制器	IEC 硼酸专用抑制器
运行时间	15min	检测器	电导检测器



50ppm 硼酸标准溶液色谱图



硼酸标准曲线(2ppm-200ppm)

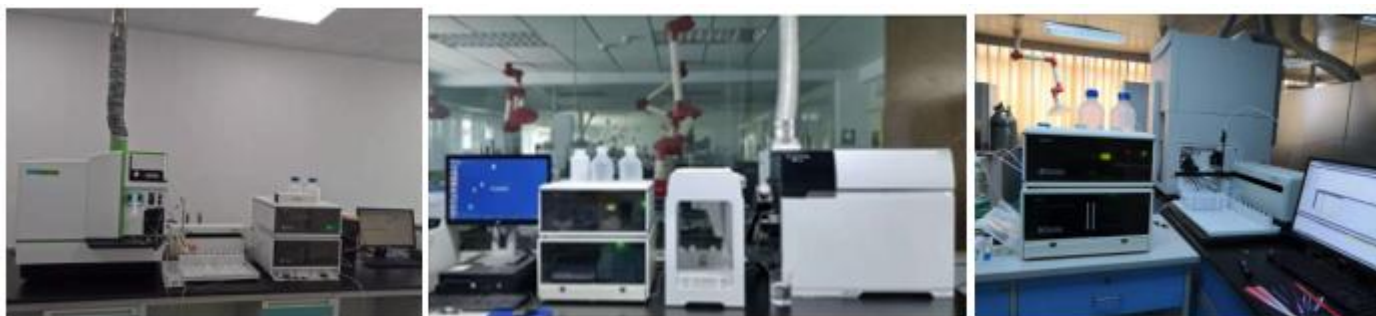
IC-ICPMS 确证法:

化妆品中硼酸和硼酸盐检验方法

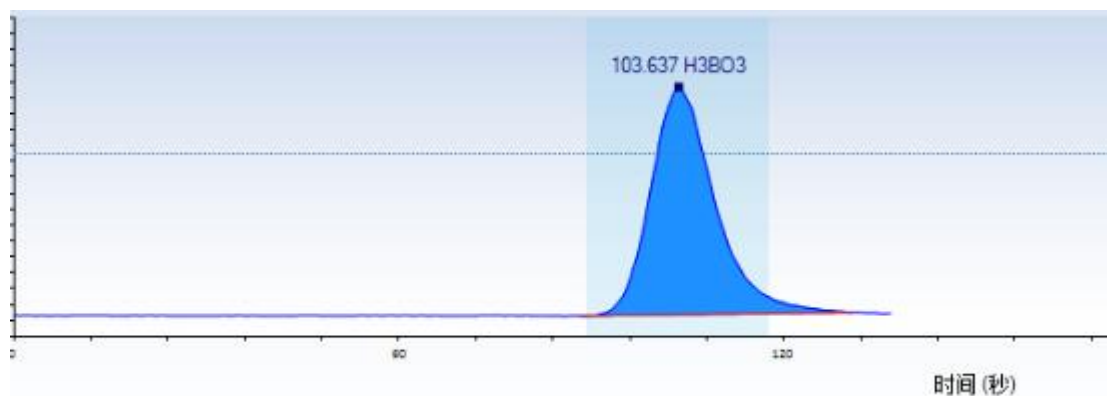
Determination of boric acid and borate in cosmetics

硼酸的结果确证

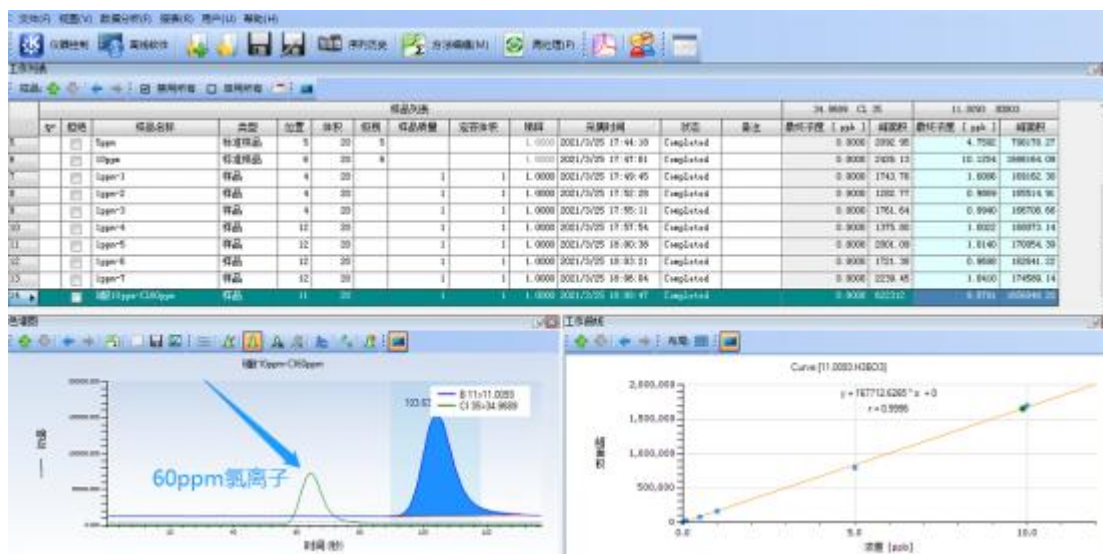
采用离子色谱-电感耦合等离子体质谱法 (IC-ICPMS) 进行确证



谱临晟 IC20 离子色谱可连接到各家 ICPMS 组成 IC-ICPMS 实现化妆品中硼酸和硼酸盐的分析, 同时亦可解决各种元素的形态分析, 一台仪器, 有多个应用场景, 一机多用。针对每种元素形态谱临晟公司可提供专门的分析方法包, 如**砷形态**专用色谱柱、**铬形态**专用色谱柱、**硒形态**专用色谱柱、**锑形态**专用色谱柱、**化妆品硼酸/硼酸盐分析包**等。



IC-ICPMS 法测硼酸 5ppm 色谱图, 3min 完成一个样品测试



应对化妆品中的硼酸和硼酸盐新标准，谱临晟科技为实验室提供两个技术方案：

方案一：离子排斥色谱法，谱临晟自主研发的离子色谱仪 IC20，搭配专用硼酸色谱柱及专用硼酸抑制器助你轻松应对；

方案二：上述方案一的离子色谱模块亦可连接到各家 ICPMS 组成 IC-ICPMS 实现硼酸的确证法。