

火焰原子吸收光谱法测定化妆品中痕量汞

崔新玲^① 张金芳 马果花 李伟 李善茂

(中国人民解放军防化指挥工程学院化学侦检分析教研室 北京市昌平区 102205)

摘 要 建立了火焰原子吸收光谱法间接测定痕量汞,并对铜(Cu)与汞(Hg)发生置换反应的条件及仪器的操作条件分别进行了优化。该方法中,汞在 0.05—4.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性良好,平均回收率在 85.1%—100.7% 之间, RSD 为 0.6%—2.2%。

关键词 火焰原子吸收法, 间接测定, 汞。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)04-0707-04

1 前言

Hg 因其特殊的用途(尤其在美白方面)被广泛应用于化妆品中。然而 Hg 对人体的危害是众所周知的,为了满足人们的爱美需求又要控制 Hg 含量不能超标,以免危害人们的身体健康,卫生标准对此有严格的要求。因此,化妆品中的 Hg 元素含量分析是一项非常重要的工作,人们在这方面做了大量的工作^[1-3],但是一般都是冷原子吸收光谱法或原子荧光光谱法对汞进行测定,本文采用铜富集和置换离子状态汞,而溶液中产生的铜离子浓度在一定范围内与汞离子浓度呈线性关系,通过测定铜的含量来间接测定汞的含量。该方法利用火焰原子吸收分光光度计进行痕量汞的分析测定,减少了购买特殊仪器的费用,并且干扰比较少。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

WFX-1D 型原子吸收分光光度计(北京瑞利分析仪器公司);铜空心阴极灯(北京真空电子研究所);无噪音空气压缩机(北京市崇文区电子综合修配二厂);SZ-93 自动双重纯水蒸馏器(上海亚荣生化仪器厂);KQ-1000DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声波仪器有限公司)。

硝酸(AR);高氯酸(AR);硫酸(GR);1.000 mg/mL Hg 标准溶液(国标物质,国家钢铁材料测试中心,钢铁研究总院);洗发液、乌发液、养发液、去屑护发液(市场上购买)。实验用水为二次蒸馏水。

^① 联系人, 电话: (010) 66756373; E-mail: bjxficx10507@sina.com

作者简介: 崔新玲(1972—),女,北京市人,讲师,从事分析化学、仪器分析的教学及相关的科研工作。

收稿日期: 2006-02-20; 接受日期: 2006-03-08

2.2 器皿及样品处理

2.2.1 玻璃器皿处理

实验中所用到玻璃器皿均用(1+ 1)的硝酸溶液浸泡24h,然后用二次蒸馏水洗干净,晾干,防尘贮藏备用。

2.2.2 样品处理

取适量质量的样品于锥形瓶中,在电热板上缓缓加热浓缩至约1mL,加入15.00mL HNO₃、2.00mL HClO₄和5.00mL H₂SO₄在电热板上加热消解。待棕色烟雾消失后,继续加热浓缩至约2mL,将样品溶液移入25.00mL容量瓶中,用二次蒸馏水定容,待测。

2.2.3 铜片处理

铜片用0.2mol/L的盐酸处理后,用二次蒸馏水、乙醇分别冲洗3次,然后晾干待用。

2.2.4 储备液的配制

取1.00mL浓度为1.000mg/mL的汞标准溶液于100mL的容量瓶中,用2%的HNO₃定容至刻度,浓度为10μg/mL,待用。所用标准溶液用逐级稀释法配制。

3 结果与讨论

3.1 仪器操作条件选择

配制0.200μg/mL的Hg标准溶液在pH为5.2条件下,与Cu反应后进行吸光度测定($n=3$),对操作条件进行选择实验(包括灯电流、燃烧器高度及燃气流量等),确定实验操作条件(见表1)。

表 1 操作条件的选择

波长 (nm)	灯电流 (mA)	狭缝 (mm)	空气流量 (L·min ⁻¹)	乙炔流量 (L·min ⁻¹)	燃烧器高度 (mm)
324.7	20	2	6.5	1.0	6

3.2 置换反应实验条件

以0.2μg/mL的汞标准溶液进行实验,确定反应条件如表2。

表 2 反应条件的选择

反应时间 (min)	缓冲溶液种类	缓冲溶液的pH值	缓冲溶液用量 (mL)
30	NaAc-HAc	5.2	1.5

3.3 校准曲线的绘制

移取25.00mL浓度为10.00μg/mL汞标准溶液于100.00mL容量瓶中,加入2%的HNO₃溶液定容至刻度,此溶液浓度为2.50μg/mL。分别移取2.5μg/mL的汞标准溶液0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00mL于25.00mL容量瓶中,用2%的HNO₃溶液定容至刻度。配成浓度为0、0.050、0.100、0.200、0.300、0.400μg/mL的汞标准溶液。将上述溶液定量转移至50mL小烧杯中,加入0.1g按2.2.3处理过的铜片,置于电子搅拌器上搅拌30min,在pH为5.2条件下分别与0.1gCu反应,然后分别测定其吸光度,

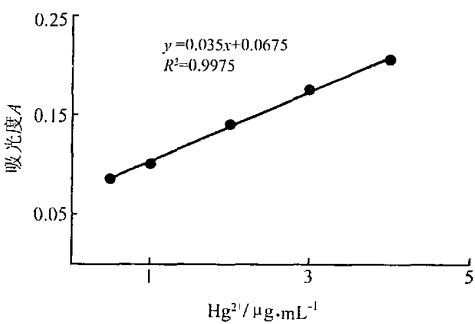


图 1 Hg 校准曲线

3.4 加标回收率实验

准确称取约 10g 样品, 经 2. 2. 2 程序处理后, 定量加入汞标准溶液, 在表 2 条件下进行反应后, 进行吸光度测定(样品以吸光度空白扣除), 计算回收率, 结果见表 3。

3.5 精密度测定

取 10 份浓度为 0. 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Hg^{2+} 标准溶液在表 2 条件下进行置换反应, 在表 1 所述操作条件下进样分析, 计算相对标准偏差为 0. 6%—2. 2%, 精密度符合定量分析要求。

表 3 回收率的测定结果

样品	样品含量($\mu\text{g}/\text{g}$)	加入量($\mu\text{g}/\text{g}$)	测得量($\mu\text{g}/\text{g}$)	加标回收率(%)	平均加标回收率(%)
洗发水	未检出	0. 40	0. 35	86. 0	85. 1 $\pm$ 1. 8
		0. 60	0. 50	83. 3	
		0. 80	0. 68	86. 0	
养发液	0. 22	0. 20	0. 21	102. 0	100. 7 $\pm$ 2. 2
		0. 40	0. 40	100. 0	
		0. 60	0. 59	97. 5	
去屑靓发液	0. 75	0. 70	0. 69	98. 6	98. 3 $\pm$ 0. 6
		1. 40	1. 38	98. 6	
		2. 10	2. 05	97. 6	
乌发液	未检出	0. 20	0. 18	90. 0	91. 9 $\pm$ 1. 9
		0. 40	0. 37	92. 5	
		0. 60	0. 56	93. 3	

3.6 样品测定

称取样品经 2. 2. 2 所述方法湿法消解后, 按标准溶液与 Cu 反应的条件进行处理, 然后用原子吸收分光光度计分别对样品原液和处理(与铜反应) 后的溶液进行测定(将样品原液吸光度作为空白扣除), 计算汞含量, 结果见表 4。

表 4 样品测定结果

样品名称	洗发水	养发液	去屑靓发液	乌发液
样品质量(g)	10. 0740	9. 8841	12. 4781	7. 8770
测得汞质量(μg)	未检出	2. 17	9. 36	未检出
汞含量($\mu\text{g}/\text{g}$)	未检出	0. 22	0. 75	未检出

4 结论

GB 11432-89^[4] 要求洗发液中汞含量小于 1ppm($\mu\text{g}/\text{g}$), 测定结果表明各个样品中的汞含量都没有超出标准要求。方法准确可靠能满足洗发、护发样品中痕量汞检验的要求。采用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4$ 湿法消解洗发护发样品时, 一定要进行浓缩, 将有机溶剂挥发近干, 否则会发生爆沸。笔者在实验过程中经过多次实验确定将所取溶液蒸发至约 1mL 再进行消解比较安全。

参考文献

[1] 黄威. 冷原子吸收浸提法测定化妆品中汞的影响因素[J]. 广西预防医学, 2001, 7(1): 42.
[2] 宋国艾, 杨根源, 陈勉哉. 化妆品原料技术标准[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1994. 576.
[3] 余晓萍, 栗日晔, 段志敏. 化妆品中痕量汞的氢化物原子荧光测定法[J]. 职业与健康, 2002, 18(5): 48.
[4] 宋国艾, 杨根源, 陈勉哉. 化妆品原料技术标准[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1994. 669.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.

Indirect Determination of Trace Mercury in Cosmetic by Flame AAS

CUI Xin-Ling ZHANG Jin-Fang MA Guo-Hua LI Wei LI Shan-Mao

(Chemical Defense Institute of the PLA, Beijing 102205, P. R. China)

Abstract In this paper, a method of indirect analysis of trace Hg^{2+} has been developed. The conditions of replacement reaction occurring within Hg^{2+} and Cu^{2+} and operation of apparatus have been optimized respectively. The calibration curve is linear in the range of 0.05—4.0 $\mu\text{g/mL}$ of Hg^{2+} . The recovery is 85.1%—100.7%, and the RSD is 0.6%—2.2%.

Key words FAAS, Indirect Determination, Mercury.

致本期及以往各期每篇论文的联系 人 拟赠《光电光谱分析》一书的通知

各有关同志:

《光电光谱分析》是我们编辑出版的一套丛书,共分4册(净重1.7kg),主要内容如下文所述。如果你认为对你有参考价值的话,可以赠送你一套(邮资自付,普通印刷品8元,挂号另加3元,请用邮票支付),有意者来信告知收件人和详细地址,同时将邮票放在信中挂号寄来。

《光谱实验室》编辑部

2006年7月25日

电话:(010) 62452937, 电邮:gpsys@263.net; gpsys81@citiz.net; gpsysh@public.sti.ac.cn,

联系地址:北京市81信箱66分箱《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林,邮编:100095

《光电光谱分析》主要内容如下:

本书(增刊)由周开亿主编,韦雅文、谢荣厚等为技术顾问。由《光谱实验室》编辑部编辑,已出版。1套4册,16开,共1236页,185万字。

第1册:光电光谱分析原理,30万字。论述了光电光谱分析的特点和应用范围、激发光源、分光系统、接收系统、计算机、定量分析方法、数据处理等。主要执笔者为南开大学翁永和教授。

第2册:光电光谱仪,70万字。介绍了国产的和进口的(美、英、日、德、瑞士等国)光电光谱仪的仪器结构,特点,功能,软件,日常操作等。由各个公司提供材料,主要执笔者有长城铝业公司金海泉高级工程师、贵阳钢厂李锦光高级工程师、华山机械厂郝庚民高级工程师、天津师范大学高宝岩副教授、本溪钢铁公司张宝森、周玉臣高级工程师、大连耐酸泵厂王春德高级工程师、钢铁研究总院谢荣厚教授等。

第3册:光电光谱分析方法和应用,65万字。其中有钢铁分析、有色金属分析、地质物料分析、化工环保试样分析、同位素分析等。主要执笔者由钢铁研究总院韦雅文高级工程师、本溪钢铁公司张宝森、周玉臣高级工程师、沈阳有色金属加工厂梁愚铃高级工程师、河南岩石矿物测试中心陈方伦高级工程师、北京铀矿地质研究所谭世源高级工程师、复旦大学杨之昌教授等。

第4册:附录. 光电光谱分析简明手册,20万字。介绍了从事光电光谱分析常用的物理-化学常数,常用分析线波长,谱线和背景干扰状况,试样化学处理方法,计量单位的换算等。由沈阳有色金属加工厂梁愚铃高级工程师编写,中国科学院物理研究所赵玉珍研究员等审校。

本书(增刊)比较全面地总结了三十年来我国光电光谱分析工作的经验,比较集中地反映了各种高新技术和电子计算机在光谱分析中的应用,是理论与实际密切结合并兼有手册性的著作。

《光电光谱分析》1套4册,价值110元。