

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生化学标准检验方法 汞

UDC 668.58 : 543
.062

GB 7917.1—87

Standard methods of hygienic test for cosmetics
Mercury

本标准适用于化妆品中总汞的测定。本法最低检出量为 0.01 μ g 汞,若取 1g 样品测定,最低检测浓度为 0.01ppm。

本标准采用冷原子吸收分光光度法。

1 方法提要

汞蒸气对波长 253.7nm 的紫外光具特征吸收。在一定的浓度范围内,吸收值与汞蒸气浓度成正比。样品经消解、还原处理将化合态的汞转化为元素汞,再以载气带入测汞仪,测定吸收值,与标准系列比较定量。

2 样品采集

2.1 受检的化妆品应按随机抽样原则抽取并应满足检验所需的样品量(不得少于六个最小包装单位),以确保采集的样品具有代表性。

2.2 供检样品应严格保持原有的包装状态。容器不得破损。

2.3 所取样品应由供、取单位双方共同加封。

2.4 实验室接到样品后应进行登记,并检查封口的完整性。最少对其中三个最小包装单位开封检验(但不大于所取包装的半数)。未开封样品应保存待查至提出报告后的二个月。

3 试剂

3.1 去离子水或同等纯度的水:将一次蒸馏水经离子交换净水器净水,贮存于全玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

注:试剂的配制和分析步骤中均使用此水。

3.2 硝酸(密度 1.42g/ml):优级纯。

3.3 硫酸(密度 1.84g/ml):优级纯。

3.4 盐酸(密度 1.19g/ml):优级纯。

3.5 过氧化氢(30%):分析纯。

3.6 五氧化二钒:分析纯。

3.7 硫酸(10%)。

3.8 氯化亚锡溶液(20%):称取 20g 氯化亚锡(分析纯)置于 250ml 烧杯中,加入 20ml 浓盐酸(3.4),加水稀释至 100ml。

3.9 重铬酸钾溶液(10%):称取 10g 重铬酸钾(分析纯),溶至 100ml 水中。

3.10 重铬酸钾硝酸溶液:取 5ml 重铬酸钾溶液(3.9),加入硝酸(3.2)50ml,用水稀释至 1000ml。

3.11 汞标准溶液

3.11.1 称取 0.1354g 氯化汞(HgCl_2 , 分析纯)置于 100ml 烧杯中,加入重铬酸钾硝酸溶液(3.10)溶解。移入 1000ml 容量瓶中,再用重铬酸钾硝酸溶液稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 100 μg 。

3.11.2 移取 10.0ml 汞标准溶液(3.11.1)置于 100ml 容量瓶中,用重铬酸钾硝酸溶液(3.10)稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 10.0 μg 。此溶液可保存一个月。

3.11.3 移取 10.0ml 汞标准溶液(3.11.2)置于 100ml 容量瓶中,用重铬酸钾硝酸溶液(3.10)稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 1.00 μg 。此溶液临用前配制。

3.11.4 移取汞标准溶液(3.11.3)10.0ml 至 100ml 容量瓶中,用重铬酸钾硝酸溶液(3.10)稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 0.10 μg 。

4 仪器

- 4.1 50ml 比色管。
- 4.2 100ml 锥形瓶。
- 4.3 圆底烧瓶(250ml)及 40cm 长全玻璃磨口球形冷凝管。
- 4.4 水浴锅。
- 4.5 冷原子吸收测汞仪。
- 4.6 汞蒸气发生瓶。

5 分析步骤

5.1 样品预处理(以下方法可任选一种)

5.1.1 湿式回流消解法

5.1.1.1 称取约 1.00g 试样,置于 250ml 圆底烧瓶中。随同试样做试剂空白。

5.1.1.2 样品如含有乙醇等有机溶剂,先在水浴或电热板上低温挥发(不得干涸)。

5.1.1.3 加入 30ml 硝酸①(3.2)、5ml 水、5ml 硫酸(3.3)及数粒玻璃珠。置于电炉上,接上球形冷凝管,使冷凝水循环。

5.1.1.4 加热回流消解 2h。消解液一般呈微黄或黄色。

5.1.1.5 从冷凝管上口注入 10ml 水,继续加热回流 10min,放置冷却。

5.1.1.6 用预先用水湿润的滤纸过滤消解液,除去固形物。对于含油脂蜡质多的试样,可预先将消解液冷冻使油质蜡质凝固。

5.1.1.7 用蒸馏水洗滤器数次,合并洗涤液于滤液中,定容至 50ml 备用。

5.1.2 湿式催化消解法

5.1.2.1 称取约 1.00g 试样,置于 100ml 锥形瓶中。随同试样做试剂空白。

5.1.2.2 样品如含有乙醇等有机溶剂,先在水浴或电热板上低温挥发(不得干涸)。

5.1.2.3 加入 50mg 五氧化二钒(3.6)、7ml 浓硝酸(3.2)。置沙浴或电热板上用微火加热至微沸。取下放冷,加 8ml 硫酸(3.3),于锥形瓶口放一小玻璃漏斗,在 135~140 $^{\circ}\text{C}$ 温度下继续消解并于必要时补加少量硝酸,消解至溶液呈现透明蓝绿色或桔红色。冷却后,加少量水继续加热煮沸约 2min 以驱赶二氧化氮。定容至 50ml 备用。

5.1.3 浸提法,本方法不适用于含蜡质样品。

5.1.3.1 称取约 1.00g 试样,置于 50ml 比色管中,随同试样做试剂空白。

5.1.3.2 样品如含有乙醇等有机溶剂,先在水浴挥发(不得干涸)。

5.1.3.3 加入 5ml 硝酸(3.2)和 1ml 过氧化氢(3.5),放置 30min 后,沸水浴加热约 2h。冷至室温,用 10%硫酸(3.7)定容至 50ml 备用。

① 样品中含有碳酸钙等碳酸盐类的粉剂,在加酸时应缓慢加入,以防二氧化碳气体产生过于猛烈。

5.2 测定

移取 0、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00、2.00ml 汞标准溶液 (3.11.4)、适量样品溶液 (5.1.1.7、5.1.2.3 或 5.1.3.3) 和空白溶液, 置于 100ml 锥形瓶中, 用 10% 硫酸 (3.7) 定容至一定体积。按仪器说明书调整好测汞仪。将标准系列、空白和样品逐个倒入汞蒸气发生瓶中, 加入 2ml 氯化亚锡溶液 (3.8), 迅速塞紧瓶塞。开启仪器气阀, 待指针至最高读数时, 记录其读数。

5.3 绘制工作曲线, 从曲线上查出测试液中汞含量。

6 分析结果的计算

按下式计算汞浓度:

$$\text{Hg (ppm)} = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V_1}{V}}$$

式中: m_0 ——从工作曲线上查得试剂空白的汞量, μg ;

m_1 ——从工作曲线上查得样品测试液中的汞量, μg ;

m ——称样量, g ;

V_1 ——分取样品溶液体积, ml ;

V ——样品溶液总体积, ml 。

附加说明:

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生化学标准检验方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人郑星泉、沈文、王鹏、杜秀玲、刘玉清。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。