

ICS 71.100.70

Y 42

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1980—2013

化妆品中硒的测定 原子荧光光谱法

Determination of selenium in the cosmetics—

Atomic Fluorescence Spectrophotometry

地方标准信息服务平台

2013 - 12 - 18 发布

2013 - 12 - 31 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20001.4-2001给出的规则起草。

本标准由吉林省质量技术监督局提出并归口。

本标准起草单位：吉林省产品质量监督检验院。

本标准起草人：韩冰雪、王宇、张晶书、张涛、陈晓艳、李海燕、吴桐、戴欣

地方标准信息服务平台

化妆品中硒的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了用氢化物原子荧光光谱法测定化妆品中硒的方法。

本标准适用于护肤类化妆品及润肤类化妆品中硒的测定。

本标准的检出限：0.01 mg/kg。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所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）适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

3 原理

试样经酸加热消化后，用盐酸将试样中的六价硒还原成四价硒。在盐酸介质中用还原剂将四价硒还原成硒化氢（ H_2Se ），由载气（氩气）带入原子化器中进行原子化，在硒空心阴极灯照射下，基态硒原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与硒含量成正比。与标准系列比较定量。

4 试剂与材料

除非另有规定，本方法所使用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的二级水。

- 4.1 硝酸（ HNO_3 , CAS 号：7697-37-2）。
- 4.2 盐酸（ HCl , CAS 号：7647-01-0）。
- 4.3 高氯酸（ HClO_4 , CAS 号：7601-90-3）。
- 4.4 过氧化氢（ H_2O_2 , CAS 号：7722-84-1）。
- 4.5 氢氟酸（ HF , CAS 号：7664-39-3）。
- 4.6 氢氧化钠（ NaOH ）, CAS 号：8012-01-9）。
- 4.7 铁氰化钾（ $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, CAS 号：13746-66-2）。
- 4.8 硼氢化钠（ NaBH_4 , CAS 号：16940-66-2）。
- 4.9 混合酸（v/v）：将硝酸与高氯酸按 4+1 体积混合。
- 4.10 硼氢化钠混合溶液（8 g/L）：称取 8.0 g 硼氢化钠（ NaBH_4 ），溶于氢氧化钠溶液（5 g/L）中，然后定容至 1 000 mL，混匀。
- 4.11 铁氰化钾溶液（100 g/L）：称取 10.0 g 铁氰化钾[$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$]，溶于 100 mL 水中，混匀。
- 4.12 硒标准储备溶液：按 GB/T 602 标准方法配制，也可购买标准物质溶液，质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
- 4.13 硒标准使用液：取 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硒标准储备液逐级稀释为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.14 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5 仪器

- 5.1 原子荧光光谱仪，带硒空心阴极灯。
- 5.2 可调式电热板。
- 5.3 微波消解装置。
- 5.4 天平：感量为 1 mg。
- 5.5 烘箱。
- 5.6 粉碎机。

6 分析步骤

6.1 湿法消解

称取0.5 g~1 g（精确至0.001 g）试样，液体试样吸取1.0 ml~2.0 mL，置于高型烧杯中，加入25 mL混合酸，盖表面皿后于120 °C电热板上加热至无棕黄色烟雾后在调至300 °C继续加热，注意观察如消解液变为棕黑色时补加混合酸。当溶液呈无色透明或略带黄色并伴有大量白烟时，再继续加热至剩余体积3 mL左右，冷却。再加10.0 mL盐酸（4.2），继续加热至溶液变为清亮无色并伴有大量白烟出现，冷却。转移至50 mL容量瓶中定容，混匀备用；同时做空白试验。

6.2 微波消解

称取0.3 g~0.5 g（精确至0.001g）试样，置于消解罐中，加入5 mL硝酸（4.1），2 mL过氧化氢（4.4），2 mL氢氟酸（4.5），振摇混合均匀，于微波消解系统中消化，其消化推荐条件见表1（可根据不同仪器自行设定消解条件）。消解完成后用少量水冲洗消解罐上盖，消解罐置于200 °C电热板上加热至剩余体积3 mL左右。赶酸后转移至50 mL烧杯中，再加5.0 mL盐酸（4.2），继续加热至溶液变为澄清透明并伴有大量白烟出现，冷却。转移试样消化液于25 mL容量瓶中定容，混匀备用。同时做空白试验。

吸取10.0 mL试样消化液于15 mL离心管中，加盐酸（4.2）2.0 mL，铁氰化钾溶液（4.11）1.0 mL，混匀待测。

注1：微波消解为高压消解装置，在使用过程中有一定危险性，操作人员须严格按照仪器规定操作。

表 1 微波消解装置推荐条件

步骤	1	2	3
工步温度/°C	120	150	180
升温速率/°C/min	8	5	5
保持时间/min	5	10	15
功率/W	1600	1600	1600

6.3 标准曲线的配制

分别取0.0 mL，0.2 mL，0.5 mL，1.0 mL，1.5 mL，2.0 mL标准使用液于15 mL试管中用水定容至10 mL，浓度分别为0.0 $\mu\text{g/L}$ ，2.0 $\mu\text{g/L}$ ，5.0 $\mu\text{g/L}$ ，10.0 $\mu\text{g/L}$ ，15.0 $\mu\text{g/L}$ ，20.0 $\mu\text{g/L}$ 再分别加盐酸（4.2）2.0 mL，铁氰化钾溶液（4.9）1.0 mL，混匀，制成标准工作曲线。

6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件：负高压：280 V；灯电流：30 mA；原子化温度：200℃；炉高：8 mm；载气：氩气；载气流速：300 mL/min；屏蔽气流速：600 mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；延迟时间：3 s；读数时间：10 s；进样体积：1 mL。

6.4.2 测定：设置好仪器最佳条件，将炉温升至所需温度，稳定 10 min~20 min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数稳定后，进行标准系列测量，绘制标准曲线。试样测量，分别测定试样空白和试样消化液。

7 分析结果的表述

按式（1）计算试样中硒的含量：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中硒的含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；

C —— 试样消化液测定浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

C_0 —— 试样空白消化液中测定浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

m —— 试样质量（体积），单位为克或毫升（g 或 mL）；

V —— 试样消化液总体积，单位为毫升（mL）。

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，结果保留三位有效数字。

8 精密度

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

地方标准信息服务平台