

石墨炉原子吸收法测定化妆品中的铅、砷、锑含量

AAS-066

摘要：本文参考《化妆品卫生规范》，采用微波消解 - 石墨炉原子吸收光谱法测定了化妆品中铅、砷、锑的含量。该方法铅、砷、锑的线性相关系数 $r > 0.998$ ，检出限分别为 0.15、0.21、1.52 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 90.4%~112.5% 之间；该方法操作简便，精密度好，适应性广，可满足化妆品中检测重金属元素铅、砷、锑的需求。

关键词：化妆品 石墨炉原子吸收法 铅 砷 锑

铅及其化合物通过皮肤吸收，有可能危害人体健康，特别会影响到造血系统、神经系统、肾脏、胃肠道、生殖系统、心血管、免疫与内分泌系统等，对于孕妇，还有可能影响胎儿的健康。砷及其化合物被认为是致癌物质，长期使用含砷高的化妆品可引起皮炎、色素沉积等皮肤病，最终导致皮肤癌。砷及其化合物中毒主要表现为末梢神经炎症，如四肢疼痛、行走困难、肌肉萎缩、头发变脆易脱落，皮肤色素高度沉着，甚至有可能转变

成皮肤癌。而锑会刺激人的眼、鼻、喉咙及皮肤，持续接触可破坏心脏及肝脏功能，吸入高含量的锑会导致锑中毒，症状包括呕吐、头痛、呼吸困难，严重者可能死亡。上述三种元素在化妆品中的限值一般较低，使用火焰原子吸收测定有一定难度；微波消解 + 石墨炉原子吸收法可以快速、准确、方便的测定以上元素在化妆品中的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计
高密石墨管

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和聚四氟乙烯烧杯均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 和 H_2O_2 均为为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

称量 0.5 g 左右样品，置于聚四氟乙烯微波消解罐中。随同试样做试剂空白。加入硝酸 6.0 mL，放置 12 h 后，加入过氧化氢 2.0 mL，混匀。于微波消解仪中加热 1 h (温度控制在 180 以下)，微波消解程序停止后，冷却至室温，用 2% 硝酸溶液容至 25 mL，备用。

1.4 仪器条件和参数

配制铅、砷、锑的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

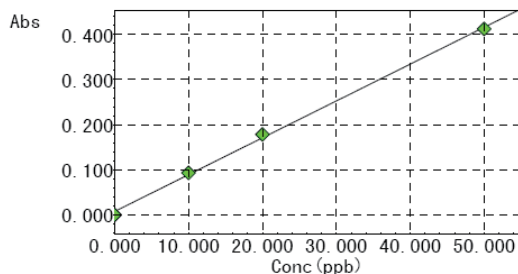
表 1 仪器测定条件

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (s)	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (s)	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (s)	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	500	10	1800	3	2100	2
As	193.7	0.7	12	150	20	600	10	2200	3	2500	2
Sb	217.6	0.7	13	150	20	600	10	2400	3	2500	2

结果与讨论

2.1 线性方程和检出限

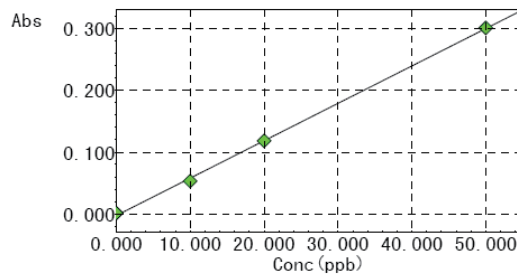
于 100 mL 容量瓶中配制铅、砷、锑的 50 μg/L 的标准溶液，利用软件的自动稀释功能配制 0、10、20、50 μg/L 的标准曲线，对标准溶液进行测定，得其标准曲线，如图 1、2、3 所示：



$$\text{Abs}=0.0081764\text{Conc}+0.0074714$$

$$r=0.9992$$

图 1 铅的标准曲线



$$\text{Abs}=0.0060607\text{Conc}-0.0027393$$

$$r=0.9996$$

图 2 砷的标准曲线

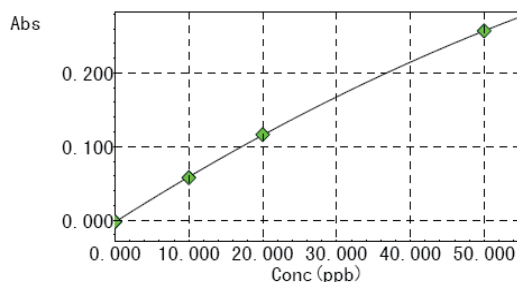


图 3 锑的标准曲线

在 0.0~50.0 μg/L 的浓度范围内，铅、砷、锑的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r>0.9992$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅、砷、锑的检出限。铅、砷、锑的线性方程和检出限结果如表 2 所示：

表 2 铅、砷、锑的线性方程和检出限

元素	线性方程	相关系数(r)	检出限(μg/L)
Pb	$\text{Abs}=0.0081764\text{Conc}+0.0074714$	0.9992	0.15
As	$\text{Abs}=0.0060607\text{Conc}-0.0027398$	0.9996	0.21
Sb	$\text{Abs}=-2.3599\text{Conc}^2+0.0063767\text{Co}$ $\text{nc}-0.0024591$	1.0000	1.52

2.2 样品测定结果、回收率和精密度

选取美白霜、爽肤水、沐浴露作为检测样品，湿法消解后定容检测，得样品中铅、砷、锑元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表3样品检测结果、回收率以及精密度

样品种类	元素	样品含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	检测含量 (mg/kg)	回收率(%)	RSD (%, n=2)
美白霜	Pb	1.09	0.97	2.03	96.6	0.63
	As	0.28	0.24	0.50	90.4	0.36
	Sb	1.03	0.97	1.97	97.4	2.44
爽肤水	Pb	0.49	1.00	1.51	103.0	1.52
	As	0.61	0.60	1.25	106.8	0.66
	Sb	1.02	1.00	1.98	96.7	0.1
沐浴露	Pb	0.24	0.23	0.47	97.4	3.2
	As	0.14	0.28	0.46	112.5	1.3
	Sb	0.03	1.86	1.78	93.9	4.07

注*: 以上样品皆为进口装, ND - No Detected。

结论

本文采用微波消解 - 石墨炉原子吸收光谱法测定了化妆品中重金属铅、砷、锑的含量。实验结果表明,该方法铅、砷、锑的线性相关系数 $r > 0.9992$, 检出限分别为 0.15、0.21、1.52 $\mu\text{g/L}$, 加标回收率在 90.4%~112.5% 之间。该方法操作简便, 精密度好, 适应性广, 可满足化妆品中检测重金属元素铅、砷、锑的需求。