

# 原子吸收分光光度法测定牙膏中的铅和镉含量

## AAS-031

**摘要：**本文参考 2007 年颁布的《化妆品卫生规范》，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了牙膏中铅和镉的含量。该方法加标回收率在 92.4% ~ 103% 之间，两个元素的方法检出限皆小于 0.1 μg/L。该方法操作简便，可以满足牙膏中铅、镉的测定要求。

**关键词：**化妆品 牙膏 重金属 铅 镉 原子吸收

随着科学技术的日益发展和人们物质、文化生活水平的不断提高，化妆和口腔清洁护理已成为人们日常生活中的一项重要内容，口腔清洁护理用品和化妆品的使用量越来越大，其质量也越来越为人们所重视。为了实现口腔清洁护理用品和化妆品的各种功效，保证其稳定性以及使用的舒适性，在口腔清洁护理用品及化妆品生产中添加了很多的有机和无机成分，包括活性成分、防腐剂、着色剂和其它原材料等。由于添加的原材料中存在重金属元素，如果过量会严重威胁人的身体健康。为确保口腔清洁护理用品和化妆品使用的安全性，国内外标准都对某些重金属的含量作了限制。我国的有关规范对化妆品的卫生化学指标和禁限用物质作了规定，即中华人民共和国卫生部 2007 年颁布的《化妆品卫生规范》。GB/8372-2008 也对牙膏的相关限值做了进一步说明。

## 实验部分

### 1.1 仪器

AA-7000

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub> 试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 Pb 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 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清除	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	500	10	2100	2	2200	2

配制 Cd 的标准溶液。仪器稳定后，按表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

元素	波长 nm	光谱 通带 nm	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清除	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Cd	228.8	0.7	8	150	20	600	10	2000	2	2100	2

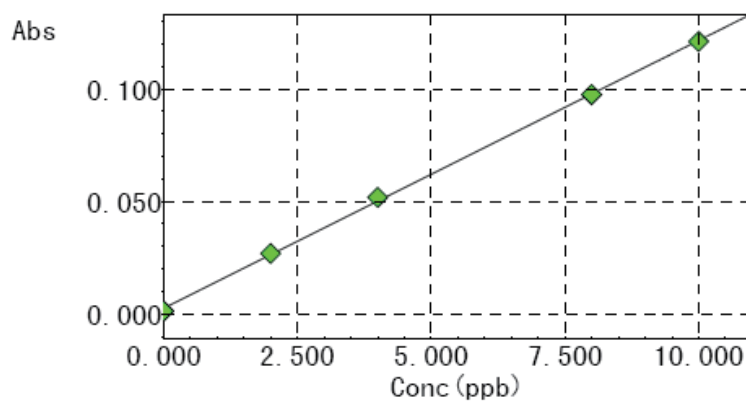
#### 1.4 样品的前处理

称量约 0.20 g 左右牙膏于消解罐中，加入 2 mL HCl、4 mL HNO<sub>3</sub> 和 2 mL 双氧水，进行微波消解。设置程序 15 min 达到 220°C，并且保持 30 min，冷却至 50°C 取出消解罐放于电加热板上 130°C 赶酸至 2 mL 左右，用纯水定容至 25 mL 容量瓶中，待测，同法制备试剂空白溶液。

## ■ 结果讨论

#### 2.1 线性方程和检出限

20 μL 进样量，对铅工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：



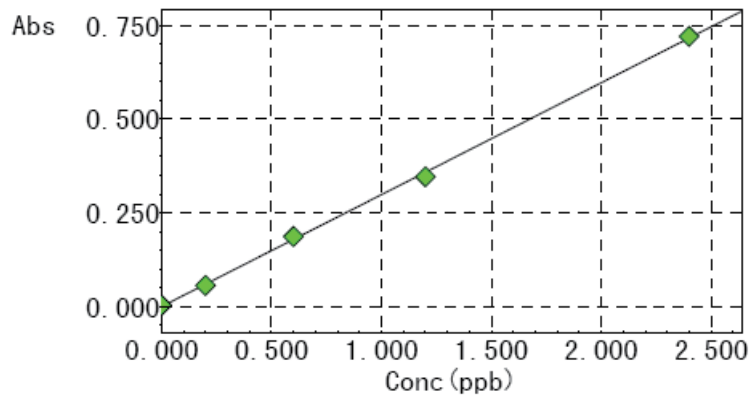
$$\text{Abs} = 0.011919\text{Conc} + 0.0024907$$

$$r = 0.9997$$

图1 铅的标准曲线

在 0.00 ~ 10.00 μg/L 浓度范围内，铅的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9997$ 。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的方法检出限分别为：0.1 μg/L。

20 μL 进样量，对镉工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：



$$\text{Abs} = 0.29830 \text{Conc} + 0.00017468$$

$$r = 0.9996$$

图2 镉的标准曲线

在 0.00 ~ 2.50 μg/L 浓度范围内，镉的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9996$ 。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镉的方法检出限分别为：0.04 μg/L。

## 2.2 样品测定结果

选取美加净、黑妹、两面针三类牙膏，分别测定牙膏中的铅、镉的含量，20 μL 进样量，其结果见表 3。

表3 牙膏中铅、镉元素分析结果

元素	样品名称	称量质量 (g)	测定值 (μg/Kg)	RSD (%)
Pb	美加净	0.2136	387.90	0.64
	黑妹	0.1971	242.64	1.30
	两面针	0.1708	121.59	1.44
Cd	美加净	0.2136	23.54	1.89
	黑妹	0.1971	7.70	3.54
	两面针	0.1708	9.07	2.01

### 2.3 加标回收实验

取黑妹牙膏样品 2 份，以同样的方法进行前处理，以 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值，进行了加标回收率实验，其结果见表 4。

表4 黑妹牙膏加标回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Pb	3.92	5.00	8.54	92.4
	3.92	5.00	8.67	95
Cd	0.07	1.00	1.10	103
	0.07	1.00	1.02	95

### ■ 结论

本文参考 2007 年颁布的《化妆品卫生规范》，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了牙膏中铅和镉的含量，前处理方法快速、简单，对该样品进行加标回收验证，结果满足测试需求。该方法操作简便，可以满足牙膏中铅和镉含量的测定要求。