

不同基体改进剂对粉状化妆品中铅含量测定的影响

李伟盛, 余晓志, 孙剑, 赖红霞, 席绍峰, 王继才, 谭建华, 李慧勇

(广州市质量监督检测研究院, 广东广州 510110)

摘要: 本文研究了石墨炉原子吸收光谱法测定粉类化妆品中铅含量的方法。重点讨论了不同基体改进剂对样品铅测定结果的影响。结果表明, 0.25%磷酸二氢铵可有效改善和提高粉类化妆品铅含量测定的稳定性和灵敏度, RSD 达到 1.5%。

关键词: 化妆品; 铅; 石墨炉; 磷酸二氢铵

文章编号: 1673-9078(2012)9-1249-1250

Influence of Different Matrix Modifiers on Determination of Pb in Powder Cosmetics

LI Wei-sheng, YU Xiao-zhi, SUN Jian, LAI Hong-xia, XI Shao-feng, WANG Ji-cai, TAN Jian-hua, LI Hui-yong

Abstract: The determining method of Pb in powder cosmetics by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) was studied. The influence of different matrix modifiers on this determination was emphasized studied. When 0.25% $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ was used as matrix modifier, the stability and sensitivity of the determination of Pb in powder cosmetics were effectively improved.

Key words: cosmetic; Pb; graphite furnace; $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

铅含量是化妆品检测中重要的指标之一, 在测定化妆品中痕量铅的方法中, 国家标准^[1]采用的是火焰原子吸收法进行的, 而目前常用的精度更高的方法是采用石墨炉原子吸收光谱仪 (GFAAS) 方法^[2], 然而该方法虽然灵敏度高, 但测试也容易受到复杂基体的影响而产生高背景吸收和干扰, 影响结果的分析。有文献研究表明, 针对不同的样品选取不同的基体改进剂可以起到消除基体和背景的干扰^[3-7], 但是对于粉体类化妆品中铅测定时的基体改进剂选择并未见相关文献报道。本文选取磷酸二氢铵、氯化钡、抗坏血酸、磷酸氢二铵、硝酸镁等 5 种物质作为基体改进剂, 对粉体类化妆品中痕量铅的测定进行了研究, 建立了以磷酸二氢铵为基体改进剂的前处理方法, 得到了较好的结果。

1 实验部分

1.1 材料和试剂:

硝酸、氢氟酸、过氧化氢、磷酸二氢铵、磷酸氢二铵、硝酸镁、氯化钡、抗坏血酸、均为分析纯; 铅

收稿日期: 2012-04-11

基金项目: 广州市质量技术监督局项目 (20090805)

作者简介: 李伟盛 (1984-), 男, 工程师, 主要从事化妆品中有毒有害物质的检测研究工作

通讯作者: 李慧勇 (1974-), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事检测方法研发

标准溶液: 1000 $\mu\text{g/mL}$ (国家钢铁材料测试中心 GSB G 62071-90), 使用前用 1% 硝酸逐级稀释至 50 $\mu\text{g/L}$, 30 $\mu\text{g/L}$, 10 $\mu\text{g/L}$; 粉底: 16.1 $\mu\text{g/g}$ 粉类化妆品中铅成分分析标准物质 (中国计量科学研究院); 实验用水: 去离子水 18.2 M Ω 。

1.2 仪器和条件

石墨炉原子吸收光谱仪 (SpectrAA 240Z, 瓦里安); 微波消解仪 (ETHOS ONE, 莱伯泰科); 石墨炉原子吸收仪工作条件: 灯电流 6.0 mA; 波长 283.3 nm; 光谱带宽 0.5 nm; 校正模式: 曲线拟合为线性; 测量模式: 峰高法; 塞曼扣背景; 自动进样器溶液配制为 5 μL 基改剂, 10 μL 样液, 基体改进剂为共进模式。

1.3 样品前处理

称取 0.100 g 样品于洁净的聚四氟乙烯消解罐内, 加入 5.0 mL 硝酸, 摇匀 150 $^{\circ}\text{C}$ 加热 5 min, 静置过夜。加入 4.0 mL 的过氧化氢, 盖上聚四氟乙烯内盖, 按照微波消解仪操作规程于 180 $^{\circ}\text{C}$ 消解 10 min, 消解完毕后静置稍微冷却, 打开内盖后置于电热板上 150 $^{\circ}\text{C}$ 加热 5 min 赶酸, 冷却至室温后转移并冲洗定容至 50 mL 比色管中, 此为待测定样液, 同时做试剂空白。

2 结果与讨论

2.1 基体改进剂的选择

磷酸二氢铵、氯化钡、抗坏血酸、磷酸氢二铵、

硝酸镁等基体改进剂可使基体成分形成易挥发化合物, 在提高灰化温度时可除去大部分基体, 避免基体干扰、背景化学吸收和减少分析元素共挥发损失^[8-13]。不同基体改进剂对样液吸光度和标准偏差的影响见表 1。

表 1 基体改进剂对样液吸光度和标准偏差的影响

Table 1 Influences of Different Matrix Modifier on Absorbency and Standard Deviation

基体改进剂	测定次数	吸光度平均值	相对标准偏差/%
0.25%磷酸二氢铵	5	0.2184	1.5
0.25%硝酸镁	5	0.0867	6
0.25%氯化钡	5	0.0167	41.1
0.25%磷酸氢二铵	5	0.1345	3.2
0.25%抗坏血酸	5	0.0719	9.8
用空白基体取代基体改进剂	5	0.1085	2.5

注: 样品为 10 μ L 粉底消解样液加入 5 μ L 基体改进剂。

表 1 结果显示, 不同类型基体改进剂对于粉底类化妆品中痕量铅的测试结果影响不同, 用磷酸二氢铵作为基体改进剂时测得的样液吸光度值最高, 相对标准偏差最小, 效果最好, 因此选取磷酸二氢铵作为基体改进剂进行下面的研究。

选择不同浓度的磷酸二氢铵对样品进行测定, 得到结果见表 2。结果表明, 当磷酸氢二铵的浓度为 0.25%时, 效果最好, 保证了测量结果的稳定、准确。

表 2 不同浓度磷酸二氢铵作基体改进剂测试结果

Table 2 Test results with Different concentration of $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

磷酸二氢铵浓度/%	测定次数	吸光度平均值	相对标准偏差/%
0.05	5	0.1365	2.6
0.15	5	0.1425	1.8
0.25	5	0.2184	1.5
0.35	5	0.1784	1.9
0.45	5	0.1634	2.0

2.2 标准曲线的测定和样液分析

由自动进样器按照配制体积 5 μ L 基改剂, 10 μ L 样液自动进样, 按照表 3 石墨炉工作条件自动升温测定。仪器自动测定试剂空白、标样 1, 标样 2, 标样 3 后自动绘制标准校准曲线。测定样品空白和样液, 测得吸光度平均值代入标准曲线公式后计算样液浓度。标准曲线和测试结果见表 3, 仪器绘制标准加入校准曲线后, 按照设定加样体积自动测定样品, 仪器计算出的样品浓度乘以稀释倍数 500 后即为粉底中铅的含量 16.03 mg/kg, 与粉类化妆品中铅成分分析标准物质真值 16.1 mg/kg 比较, 结果符合标准品标定值。

表 3 标准曲线各次读数及标准品样液测试结果

Table 3 Results of standard curve and the test results of standard substance

Pb 样品	浓度/ $\mu\text{g/L}$	吸光度 读数 1	吸光度 读数 2	吸光度读 数平均值
标样	0.00	0.0106	0.0072	0.0089
标样 1	10.00	0.0768	0.0785	0.0777
标样 2	30.00	0.2130	0.2123	0.2126
标样 3	50.00	0.3266	0.3273	0.3269
样液	32.2	0.2190	0.2177	0.2184
样品空白	0.14	0.0137	0.0139	0.0138
相关系数 r	0.9991			

2.3 加标回收率

取粉类化妆品的消解液作为样液 (铅含量为 32.2 $\mu\text{g/L}$), 加标水平分别为 10 $\mu\text{g/L}$, 30 $\mu\text{g/L}$, 60 $\mu\text{g/L}$, 测定其回收率, 采用标准曲线法计算, 测定结果见表 4, 回收率范围在 97.6%~103.0%。

表 4 加标回收试验结果

Table 4 Test Results of Standard Recovery

加标量/ $\mu\text{g/L}$	测试浓度/ $\mu\text{g/L}$	回收率/%
10	10.3	103.0
30	61.5	97.6
60	93.7	102.5

3 结论

3.1 本试验中通过比较 5 种常用基体改进剂对石墨炉原子吸收光谱法测定粉底类化妆品中痕量铅的影响, 结果表明, 以 0.25%磷酸二氢铵作为基体改进剂明显比氯化钡、抗坏血酸、磷酸氢二铵、硝酸镁更能有效消除干扰, 消除和减少背景信号, 使得灵敏度得以提高。

3.2 本研究建立的以磷酸二氢铵为基体改进剂的石墨炉原子吸收光谱法测定粉底类化妆品中痕量铅的方法具有测试结果稳定准确, 灵敏度高, 精密度和回收率较好, 能够满足实际分析应用。

参考文献

- [1] GB/T 7917.3-1987 《化妆品卫生化学标准检验方法 铅》
- [2] 朱琦蕾. 石墨炉原子吸收仪器研究应用进展综述[J]. 检验技术与方法. 2006, 12(6): 435-435
- [3] 邵爱梅, 姜友富, 塞曼. 原子吸收光谱法测定含盐调味品中微量铅[J]. 理化检验-化学分册, 2004, 40(11): 650-651
- [4] 曹惠君, 郭蒙京. 氯化钡作基体改进剂-石墨炉原子吸收光谱法测定尿铅[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(4): 447-465
- [5] 王连珠, 刘溢娜, 郑俊超, 游俊, 梁鸣. 标准加入法-抗坏血酸基

- 体改进剂 GFAAS 测定腐乳中痕量铅[J].中国调味品,2006,8:50-53
- [6] 张爱超,赵彬,徐晓洁,陈静.基体改进剂-原子吸收法测定环境水样中痕量的铅[J].环境科学与管理,2009,34(4):128-130
- [7] 程滢,杨文武,张宗祥.石墨炉原子吸收光谱法测定水中四乙基铅[J].环境监测管理与技术,2009,21(4):40-41
- [8] 代永刚,吴琼,南喜平.杨贞耐石墨炉原子吸收法测定碳酸饮料中的痕量铅[J].现代食品科技,2009,1:113-118
- [9] 杨振宇.钼盐作为改进剂在微波消化-石墨炉原子吸收法测量食品中微量元素的应用[J].光谱实验室,2005,22(3): 607-617
- [10] 冯银凤,黄诚,周日东,吴惠刚.基体改进剂在石墨炉原子吸收法测定食品中铅的探讨[J].中国卫生杂志,2005,15(4): 450,472
- [11] 梁剑峰,李亚.石墨炉原子吸收光谱法测定龟苓膏粉中铅含量[J].现代食品科技,2011,11:88-137
- [12] 殷俊,高帅,陈静.奶粉中铅含量的直接固体分析[J].现代食品科技,2011,2:115-117
- [13] 刘双,周静.石墨炉原子吸收光谱法测定食品中铅的方法研究[J].公共卫生与预防医学,2007,18(1): 71-72