团体标准

|  |
| --- |
|  |

化妆品中总汞含量的测定

电热-塞曼效应原子吸收光谱法

Determination of Total Mercury in Cosmetics

By Electrothermal-Zeeman Effect Atomic Absorption Spectrometry

（征求意见稿）

|  |
| --- |
|  |
| 在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。 |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

中国香料香精化妆品工业协会   发布

T/CAFFCI XXXX—202X

ICS 71.100.70

CCS Y42

前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件由中国香料香精化妆品工业协会提出并归口。

本文件起草单位：新疆维吾尔自治区药品检验研究院、鲁美科斯仪器科技（天津）有限公司、湖南省药品检验检测研究院、国家环境分析测试中心、新疆维吾尔自治区生态环境监测总站、新疆生产建设兵团生态环境第一监测站。

本文件主要起草人：张明玥、古丽努尔∙塔西铁木尔、穆晓娟、余振喜、艾买提江∙阿衣甫别克、朱毅忠、陆玉坡、张超、李国英、潘小红、殷帅、刘岩、俞奔、马超、罗磊、王立彬、万卫国。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

化妆品中总汞含量的测定

电热-塞曼效应原子吸收光谱法

1. 范围

本文件描述了电热-塞曼效应原子吸收光谱法测定化妆品中总汞含量的方法。

本文件适用于液态水基类、膏霜类、乳液类、粉类、蜡基类化妆品中总汞的测定。

本方法对汞的检出限为0.02 ng，定量下限为0.06 ng；取样量为0.05g时，膏霜类、乳液类、粉类、蜡基类化妆品方法的检出浓度为0.4 ng·g-1，最低定量浓度为1.2ng·g-1，取样量为200μL时，液态水基类化妆品方法的检出浓度为0.1 ng· mL-1，最低定量浓度为0.3ng· mL -1。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

1. 规范性引用文件 本文件没有需要界定的术语和定义。
2. 方法原理

汞元素具有稳定的原子态，当通过电加热的方式分解试样时，可以将试样中的结合态汞释放出来，并随载气通过石英分析池，结合高频偏振塞曼效应背景校正技术，基于汞原子蒸汽对253.7nm共振谱线的特征吸收，对试样中的总汞含量进行测定。

1. 仪器和设备

**5.1** 电热-塞曼效应原子吸收测汞仪；

**5.2** 分析天平；

**5.3** 样品舟包括石英舟、陶瓷舟或镍舟；

**5.4** 容量瓶；

**5.5** 移液器。

1. 试剂

除非另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为GB/T6682规定的一级水。

**6.1** 硝酸（HNO3）：优级纯；

**6.2** 重铬酸钾（K2Cr2O7）：优级纯；

**6.3** 体积分数5%硝酸（体积分数0.05%重铬酸钾）：将0.5 g重铬酸钾（5.2）溶于950 ml蒸馏水中，再加50 ml硝酸（5.1）；

**6.4** 汞标准溶液：ρ（Hg）=1000μg/mL。可直接购买市售有证标准溶液，或用标准物质配制；

**6.5** 汞标准工作溶液：ρ（Hg）=10 μg/ mL。取汞标准溶液（5.4）1.0 ml，置于100 ml容量瓶中，用体积分数5%硝酸（体积分数0.05%重铬酸钾）（5.3）定容至刻度，混匀；

**6.6** 活性炭：粒径2mm～3mm，使用前上机热解一次以排除吸附的汞；

**6.7** 无水碳酸钠（Na2CO3）：分析纯；

**6.8** 载气：不含汞的空气。

1. 分析步骤

**7.1** 仪器准备

开启电热-塞曼效应原子吸收测汞仪电源开关，预热一段时间至基线稳定。测量前，把空白样品舟放入该仪器部件电热原子化器空烧至无汞信号出现。

**7.2** 仪器参考条件

参照电热-塞曼效应原子吸收测汞仪说明，选择最佳条件。推荐仪器参考条件见表1。

表1 电热-塞曼效应原子吸收测汞仪参考条件

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 参数 |
| 推荐运行加热模式 | 液态水基类样品 | 膏霜类、乳液类、粉类、蜡基类样品 |
| 气体流速（L/min ） | 0.8~1.2 | 0.8~1.2 |
| 热裂解温度(蒸发室) ℃ | 680~740 | 370~430 |
| 检测池温度（分析室）℃ | 770~830 | 580~730 |

**7.3**标准系列溶液的制备

**7.3.1** 低浓度标准系列溶液：将汞标准工作溶液用体积分数5%硝酸（体积分数0.05%的重铬酸钾）依次稀释成0、2.5、5.0、10.0、25.0、50.0 ng/mL 标准系列溶液。

**7.3.2** 中浓度标准系列溶液：将汞标准工作溶液用体积分数5%硝酸（体积分数0.05%的重铬酸钾）依次稀释成0、50、100、150、200、250 ng/mL标准系列溶液。

**7.3.3** 高浓度标准系列溶液：将汞标准工作溶液用体积分数5%硝酸（体积分数0.05%的重铬酸钾）依次稀释成0、500、1000、2000、3 000、4000 ng/mL 标准系列溶液。

**7.4** 测定

**7.4.1**标准曲线的绘制：依次取低、中、高含量标准系列溶液各 100 μL 于放置于事先已铺有活性炭的样品舟中进行测定，每条曲线至少包含6个质量浓度，每个质量浓度平行测定2次。以吸光度（Y）为纵坐标、汞的质量浓度（X）为横坐标绘制低、中、高浓度标准曲线。

**7.4.2** 液态水基类化妆品样品的测定：移液器称取200 μL（精确到0.0001 g）样品放置于事先已铺有活性炭的样品舟中，按与绘制标准曲线相同的仪器条件进行样品的测定。取样量可根据样品浓度适当调整。

**7.4.3** 膏霜类、乳液类、粉类及蜡基类化妆品样品的测定：称取50 mg（精确到0.0001 g）样品放置于先已铺有活性炭的样品舟中，并记录质量（测定膏霜类、乳液类和蜡基类产品时可采用无水碳酸钠对样品进行覆盖），按与绘制标准曲线相同的仪器条件进行样品的测定。取样量可根据样品浓度适当调整。

**7.5** 空白试验

取与样品相同量的体积分数5%硝酸（体积分数0.05%重铬酸钾）放置于事先已铺有活性炭的样品舟中，按照与样品测定相同的测定步骤进行空白试验。

**7.6** 结果计算与表示

测得样品的峰面积，由软件依据所选择的标准曲线自动计算出样品中的汞含量。

(一) 膏霜类、乳液类、粉类及蜡基类化妆品

样品中总汞的含量*ω1*（Hg，µg/g）按公式（1）进行计算：

 ......................（1）

式中：

*ω1*——样品中总汞的浓度，µg/g；

*m1*——由标准曲线所得样品中总汞含量，ng；

*m*——称取样品的质量，g；

(二) 液态水基类化妆品样品中总汞的含量*ω2*（Hg，µg/L）按公式（2）进行计算：

....................（2）

式中：

*ω2*——样品中总汞的浓度，µg/L；

*m2*——由标准曲线所得样品中的总汞含量，ng；

——样品的体积，µL；

结果表示：

当测定结果小于10.0 µg/kg时，保留小数点后一位；当测定结果大于等于10.0 µg/kg时，保留三位有效数字。

1. 精密度

**8.1**重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

**8.2**再现性

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的20%。

参考文献

[1]《化妆品安全技术规范》（2015年版）

[2] DB44/T 1820-2016 固体物中总汞含量的测定 电热-塞曼效应原子吸收光谱法

[3] GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

[4] GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

[5] GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

[6] GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

[7] GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

# [8] HJ917-2017《固定污染源废气 气态汞的测定 活性炭吸附/热裂解原子吸收分光光度法》