

应用电位溶出法测定化妆品中铅

董四平

(湖北荆州市沙市区卫生防疫站 荆州 434000)

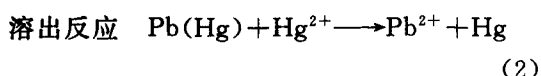
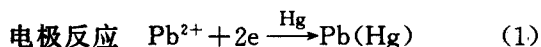
摘要 采用电位溶出法测定化妆品中铅,样品经过湿法消化,适当稀释即可直接测定。该方法操作简单、快速、干扰少,具有灵敏度高、重现性好等优点。实验结果与双硫脲比色法对同一样品测定结果做统计处理,无显著性差异。

关键词 DPSA 化妆品

1 实验方法

1.1 原理

在酸性介质中,在选定的电位上,让工作电极加上适当的还原电位,使 Pb^{2+} 与预镀在工作电极上的汞膜生成汞齐化合物后,断开恒电位电路,借助溶液中氧化剂 (Hg^{2+}) 的作用,使电沉积在工作电极上的 $Pb(Hg)$ 中的 Pb 重新溶脱下来。以 $dt/de-E$ 曲线进行定量分析,反应为:



1.2 仪器

Mp-1 型溶出分析仪

MCP-1T 极谱工作台 (均为山东电讯七厂)

铂电极, 玻碳电极, 甘汞电极

所有玻璃器材全部用 10% HNO_3 浸泡过液, 用去离子水洗净后备用。

1.3 试剂

(1) HNO_3 (优级纯) $HClO_4$ (优级纯)

(2) 镀汞液: 用硝酸汞配制含汞 40mg/L 的 1% HNO_3 溶液。

(3) 铅标准溶液: 用优级纯硝酸铅配制成 0.10mg/ml 铅标准液。

1.4 分析步骤

1.4.1 样品处理 称取约 1.00~2.00g 试样于消化管中。同时做试剂空白。样品消化按 GB7917.3-87 进行。

1.4.2 仪器操作条件

仪器操作条件见表 1

表 1 仪器操作条件

	镀汞	样品测定
电解电位 (V)	-1.0	-1.2
搅拌时间 (S)	60	60
静止时间 (S)	20	20
上限电位 (V)	-0.8	-0.8
下限电位 (V)	-0.2	-0.2
电极转速 (V/min)	2500	2500
灵敏度 (格数)	20	20

1.4.3 电极处理: 将玻碳电极表面在氧化铈粉水浆液中旋转抛光、冲洗干净。依次用氨水、无水乙醇、去离子水清洗, 擦干备用。按表 1 操作条件重复镀汞 4 次, 洗净后备用。

1.4.4 样品的测定: 通常取消化好的样品 1~10ml (由铅浓度高低确定) 于 50ml 烧杯中, 加水至 20ml, 参照表 1 设置的条件, 测定 4 次溶出峰高 (取其平均值), 然后加入相应含 Pb 的标准液, 测得加标后溶出峰高的平均值, 结果按下式计算:

$$Pb \text{ (mg/L)} = \frac{h_1 - h_0}{h_2 - h_1} \times \frac{c \times v}{m \times v_1}$$

式中: h_1 ——样品峰高 (格) h_0 ——空白峰高 (格) h_2 ——加标后的峰高 (格) v_1 ——测定取样量的体积 (ml) c ——加入 Pb 标准量 (μg) v ——消化液的体积 (ml) m ——取样量 (g)

2 实验结果与讨论

2.1 精密度试验

2.1.1 标准曲线的线性范围及精密度

按表 1 设置的条件, 每次向被测体系中加标 0.10 μgPb , 共加入 6 次, 当天测定 6 次, 回归方程为 $y=30.69x-0.138$, $r=0.9998$, 变异系数为 1.69%~4.01%。

2.1.2 化妆品样分析的精密度

取消化好的化妆品溶液 2 份, 每份各做 6 个平行样品测定各自峰高, 进行统计处理, 结果见表 2。

表 2 精密度试验结果

编号	峰 高 (格数)						X	S	Cv (%)
1	20.0	21.5	20.0	26.0	21.0	21.5	20.8	0.683	3.28
2	17.0	17.5	17.5	18.0	18.5	17.0	17.6	0.584	3.32

2.2 回收率试验结果 (见表 3)

表 3 回收率试验结果

本底值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	总测得值 (mg/L)	回收率 (%)
0.797	1.00	1.781	99.1
0.797	5.00	5.852	100.9
1.370	1.00	2.320	97.9
1.370	5.00	6.123	96.1

2.3 方法比较

取消化好的化妆品样 9 份, 分别用双硫脲比色法和本法测定其含 Pb 量, 结果 (见表 4)。

表 4 电位溶出与双硫脲单色法的对比实验结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
电位溶出	1.18	1.34	1.37	1.31	1.54	1.62	1.76	1.50	1.56
双硫脲法	1.20	1.25	1.40	1.27	1.35	1.70	1.45	1.60	1.39

* 单位: mg/L

对表 4 数据经 t 检验, 计算所得 t 值为 $t=0.739$ $P>0.05$, 说明两种测定方法的结果无显著性差异。

参考文献

- [1] 周健英, 梅庆贵. 血铅微分电位溶出分析方法的规范化研究, 《卫生与职业病》, 1992. 18 (3)
- [2] 赵法兰, 苏海芹. 电位溶出法测定尿铅的方法探讨, 《中国卫生检验杂志》, 1993. 10

Determination of Pb in Cosmetics by DPSA

Dong Siping

(Anti-Epidemic Station in Shashi Jinzhou 434000)

Abstract Determination of Pb in cosmetics by DPSA is reported. Diluted properly, samples digested by wet method can be determined directly. By this way, it is not necessary for the samples to be abstracted and the results won't be affected by other ions. It is a simple and rapid method with high sensitivity and reproducibility. The difference between the 2 results produced respectively by DPSA and dithizone colorimetric method has no significant difference.

Key words DPSA Cosmetics

(上接第 46 页)

```
while (! (( __inpo (0X242)) &32)); //用来判断是否完成采集
    DL __=inp (0X240);
    DH __=inp (0X241);
    Read __Data = (DH * 256 + DL) / 16; //读入结果
```

```
if (Read __Data > 2047) Read __Data = Read __Data - 4096;
    result = Read __Data * 10 / 4096; //计算电压值
return result;
}
```