附件 15

化妆品中二硫化硒的检验方法

Determination of Selenium Disulfide

1 范围

本方法规定了氢化物原子荧光光度法测定化妆品中二硫化硒的含量。

本方法适用于含二硫化硒的洗发类化妆品中二硫化硒含量的测定。

2 方法提要

样品经预处理后使硒以离子状态存在于样品溶液中，在盐酸介质中，将试样中的六价硒还原成四价硒，用硼氢化钾作还原剂，将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢，由载气（氩气）带入原子化器中进行原子化，在硒空心阴极灯照射下，基态硒原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与硒含量成正比，与标准系列比较定量，得出硒的含量再换算为二硫化硒的含量。

在取样量为0.25 g时，本方法对二硫化硒的检出浓度为0.01%，最低定量浓度为0.05%。

3 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，用水为GB/T 6682规定的一级水。

3.1 硝酸（ρ20=1.42 g/mL），优级纯。

3.2 盐酸（ρ20=1.19 g/mL），优级纯。

3.3 过氧化氢[ω（H2O2）=30%]，优级纯。

3.4 氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠5 g溶于1 L水中。

3.5 硼氢化钾溶液：称取硼氢化钾20 g溶于1 L氢氧化钠溶液（3.4）中。现配现用。

3.6 盐酸溶液[ψ（HCl）=20%]：取盐酸（3.2）20 mL加入至80 mL水中，混匀。

3.7 盐酸溶液[ψ（HCl）=5%]：取盐酸（3.2）5 mL加入至95 mL水中，混匀。

3.8 硒标准储备溶液[ρ（Se）=1000 mg/L]：市售有证标准物质或用有证标准物质配制。

3.9 硒标准溶液[ρ（Se）=5 mg/L]：移取硒标准储备溶液（3.8）0.5 mL置于100 mL容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

4 仪器和设备

4.1 原子荧光分光光度计：配有硒空心阴极灯。

4.2 分析天平：感量为0.0001 g。

4.3 微波消解仪：配聚四氟乙烯消解罐。

4.4 水浴锅（或可调式电加热器）。

4.5 离心机：转速≥10 000 r/min。

4.6 超声波清洗器。

5 分析步骤

5.1 标准系列工作溶液的制备

准确量取硒标准溶液（3.9）0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.00 mL分别置于100 mL容量瓶中，用盐酸溶液（3.6）定容至刻度，混匀，得浓度分别为5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、50.0 μg/L的硒标准系列工作溶液。

5.2 样品前处理

称取0.2~0.3 g（精确至0.1 mg）样品于10 mL圆底离心管中，加入5 mL水，涡旋1 min后超声20 min，于10000 r/min离心15 min，去除上清液约4 mL；再补充约4 mL水，涡旋1 min后超声20 min，于10000 r/min再离心15 min，去除上清液约4 mL，然后将剩余物全部用水转移到消解罐中，在100℃挥发至近干。加入7 mL硝酸（3.1）、2 mL过氧化氢（3.3），放入微波消解仪按表1条件消解（可根据不同型号仪器设定合适消解条件），待消解结束后，冷却至室温，开罐取出，将消解好的含样品的消解罐放入沸水浴或温度可调的100℃电加热器中数分钟，驱除样品中多余的氮氧化物，然后转移至25 mL比色管中，用20%盐酸溶液（3.6）定容，混匀后稀释1000倍待测。若待测溶液超出标曲范围，可根据实际浓度进行适当再稀释。同时做空白试验。

表1 微波消解温度控制程序

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 温度（℃） | 升温时间（min） | 保持时间（min） |
| 120 | 10 | 2 |
| 160 | 5 | 3 |
| 200 | 5 | 15 |

5.3 测定

5.3.1 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件如下：

负高压：290 V；灯电流：70 mA；原子化器高度：8 mm；载气流量：300 mL/min；屏蔽气流量：800 mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；读数延迟时间：4 s；读数时间：20 s；进样体积：1 mL。

5.3.2 标准曲线的制作

以盐酸溶液（3.7）为载流，硼氢化钾溶液（3.5）为还原剂，在5.3.1仪器条件下依次将硒标准系列工作溶液（5.1）按质量浓度由低到高的顺序分别导入仪器，测定其荧光强度，以质量浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制标准曲线。

5.3.3 试样溶液的测定

在与测定标准系列溶液相同的实验条件下，将空白溶液和试样溶液分别导入仪器，测定其荧光强度，与标准系列比较定量。

6 分析结果的表述

6.1 二硫化硒含量的计算



式中：*ω*（SeS2）——样品中SeS2的质量分数，%；

*ρ*——试样溶液中硒的质量浓度，μg/L；

*ρ0*——空白溶液中硒的质量浓度，μg/L；

*V*——试样溶液总体积，mL；

*D*——稀释倍数；

*m*——样品取样量，g；

1.812——Se4+与SeS2的换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

6.2 回收率和精密度

多家实验室验证的回收率为90.0%~105.9%，相对标准偏差小于5%。