

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（ $\rho_{20}=1.42$ g/mL），优级纯。

3.2 盐酸（ $\rho_{20}=1.19$ g/mL），优级纯。

3.3 过氧化氢[ω （ H_2O_2 ）=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 $\geq 10\,000$ 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 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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（ $^{\circ}\text{C}$ ）	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

$$\omega(\text{SeS}_2) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1.812 \times D}{m \times 10^9} \times 100\%$$

式中： $\omega(\text{SeS}_2)$ ——样品中 SeS_2 的质量分数，%；

ρ ——试样溶液中硒的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_0 ——空白溶液中硒的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V ——试样溶液总体积， mL ；

D ——稀释倍数；

m ——样品取样量， g ；

1.812—— Se^{4+} 与 SeS_2 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%。