附件 6

牙膏中镉的检验方法

Determination of Cadmium in Toothpaste

1 范围

本方法规定了火焰原子吸收分光光度法测定牙膏中镉的含量。

本方法适用于牙膏中镉的测定。

2 方法提要

样品经处理，使镉以离子状态存在于溶液中，样品溶液中镉离子被原子化后，基态原子吸收来自镉空心阴极灯的共振线，其吸收量与样品中镉的含量成正比。在其他条件不变的情况下，根据测量的吸收值与标准系列溶液比较进行定量。

本方法对镉的检出限为0.007 mg/L，定量下限为0.02 mg/L。取样量为1 g，定容至10 mL时，检出浓度为0.07 mg/kg，最低定量浓度为0.2 mg/kg；取样量为0.5 g，定容至10 mL时，检出浓度为0.1 mg/kg，最低定量浓度为0.4 mg/kg；取样量为1 g，定容至25 mL时，检出浓度为0.2 mg/kg，最低定量浓度为0.5 mg/kg。

3 试剂

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

3.1 硝酸（ρ20=1.42 g/mL），优级纯。

3.2 高氯酸[ω（HClO4）=70%—72%]，优级纯。

3.3 过氧化氢[ω（H2O2）=30%]，优级纯。

3.4 硝酸（1+1）：取硝酸（3.1）100 mL，加水100 mL，混匀。

3.5 混合酸：硝酸（3.1）和高氯酸（3.2）按（3+1）混合。

3.6 镉标准溶液

3.6.1 镉单元素溶液标准物质[ρ（Cd）=1 g/L]：国家标准单元素储备溶液，应在有效期内。

3.6.2 镉标准溶液Ⅰ：镉单元素溶液标准物质（3.6.1）10.0 mL于100 mL容量瓶中，加硝酸（1+1）（3.4）2 mL，用水稀释至刻度。

3.6.3 镉标准溶液Ⅱ：取镉标准溶液Ⅰ（3.6.2）10.0 mL于100 mL容量瓶中，加硝酸（1+1）（3.4）2 mL，用水稀释至刻度。

3.7 甲基异丁基酮（MIBK）。
3.8 盐酸（7 mol/L）：取优级纯浓盐酸（ρ20=1.19g/mL）30 mL，加水至50 mL。

3.9 辛醇。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计。

4.2 硬质玻璃消解管或高型烧杯。

4.3 具塞比色管，10 mL、25 mL。

4.4 电热板或水浴锅。

4.5 微波消解仪及配件。

4.6 天平（精度0.001 g）。

5 分析步骤

5.1 标准系列溶液的制备

取镉标准溶液Ⅱ（3.6.3）0 mL、0.10 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL，分别于50 mL容量瓶中，加硝酸（1+1）（3.4）1 mL，用水稀释至刻度，配置成浓度为0 mg/L、0.02 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L的镉标准系列溶液。

注：可根据仪器型号调整标准系列溶液范围。

5.2 样品处理

5.2.1 湿式消解法

称取样品1 g（精确到0.001 g）于消化管中，同时做试剂空白。加入数粒玻璃珠，然后加入硝酸（3.1）10 mL，由低温至高温加热消解，当消解液体积减少到2 mL~3 mL，移去热源，冷却。加入高氯酸（3.2）2 mL~5 mL，继续加热消解，不时缓缓摇动使均匀，消解至冒白烟，消解液呈淡黄色或无色。浓缩消解液至1 mL左右。冷至室温后定量转移至10 mL具塞比色管中，以水定容至刻度，备用。

5.2.2 微波消解法

称取样品0.3 g~1 g（精确到0.001 g）于清洗好的聚四氟乙烯消解罐内。取样后先加水0.5 mL~1.0 mL，润湿摇匀。根据样品消解难易程度，样品或经预处理的样品，先加入硝酸（3.1）5.0 mL~8.0 mL，将消解罐晃动几次，使样品充分浸没。放入沸水浴或温度可调的恒温电加热设备中100ºC加热20 min取下，冷却。然后再加入过氧化氢（3.3）1.0 mL~2.0 mL，继续100ºC加热10 min取下，冷却。如溶液的体积不到3 mL则补充水至3 mL。将消解罐密封后放入微波消解系统。表1为一般样品消解时温度-时间的程序。

根据样品消解难易程度可在20 min~60 min内消解完毕，取出冷却，开罐，将消解好的含样品的消解罐放入温度可调的130ºC电加热器中，赶酸至近干。

表1 消解时温度时间程序

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 温度（℃） | 升温时间（min） | 保持时间（min） |
| 120 | 5 | 3 |
| 160 | 5 | 3 |
| 180 | 5 | 20 |

注：可根据微波消解仪型号调整硝酸、过氧化氢加入量以及微波消解程序。

将样品移至10 mL具塞比色管中，用水洗涤消解罐2~3次，合并洗涤液，用水定容至10 mL，备用。

5.2.3 浸提法

称取样品1 g（精确到0.001 g）于50 mL具塞比色管中。随同试样做试剂空白。加入硝酸（3.1）5.0 mL、过氧化氢（3.3）2.0 mL，混匀，如出现大量泡沫，可滴加数滴辛醇（3.9），于沸水浴中加热2 h。取出，放置15 min~20 min，用水定容至25 mL。

5.3 测定

5.3.1 按仪器操作程序，将仪器的分析条件调至最佳状态。在扣除背景吸收下，分别测定标准系列、空白和样品溶液。如样品溶液中铁含量超过镉含量100倍，则不宜采用氘灯扣除背景法，应采用塞曼效应扣除背景法，或按5.3.2预先除去铁。绘制浓度-吸光度曲线，计算样品含量。

5.3.2 将标准、空白和样品溶液各转移5 mL至蒸发皿中，在水浴上蒸发至干，加入盐酸（3.8）10 mL溶解残渣，转移至分液漏斗中，用等量的MIBK（3.7）萃取2次，保留盐酸溶液。再用盐酸（3.8）5 mL洗MIBK层，合并盐酸溶液，必要时赶酸，定容至5 mL。按仪器操作程序进行测定。

6 计算

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *ω* | = | *（ρ1−ρ0）×V* |  |
| *m* |  |

式中：*ω*—样品中镉的质量分数，mg/kg；

 *ρ1*—测试溶液中镉的质量浓度，mg/L；

 *ρ0*—空白溶液中镉的质量浓度，mg/L；

 *V*—样品消化液总体积，mL；

 *m*—样品取样量，g。

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，结果保留两位有效数字。

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20%。

注：消解定容后若溶液浑浊或有沉淀，可过滤后测定。