

牙膏中酸可溶性锌的应用方案（原子吸收光度法）

方案依据 QBT 5406-2019 口腔清洁护理用品牙膏和漱口水中酸可溶性锌的检测

原子吸收分光光度法

原理

采用硝酸消解不含有氧化锌和二氧化硅的试样,采用硝酸和氢氟酸(添加氟化钠原位生成)消解含有氧化锌和二氧化硅的试样,将试样中的酸可溶性锌化合物全部转入试液,并稀释至适合的浓度范围。导入原子吸收分光光度计,在 213.9nm 的波长下测量吸光度,在一定浓度范围内,其吸光度与元素的含量成正比,与标准系列比较定量。

仪器与试剂和材料

美析 AA-1800C 六灯座单火焰原子吸收光谱仪, 锌空心阴极灯, 分析用钢瓶乙炔气和空气压缩机。

分析天平,精度为 0.1mg。

离心机,转速 $\geq 6000\text{r/min}$ 。

磁力搅拌器。

硝酸。氟化钠。

5%硝酸溶液:取 5mL 硝酸,加入 95mL 水,摇匀,放冷待用。

锌标准溶液(1000ug/mL):购买有证标准物质。

锌离子标准储备液(10ug/mL):用移液管移取 1.00mL 锌标准溶液至 100mL 容量瓶中,用硝酸溶液定容到刻度,混匀。该溶液保质期为 1 个月。

锌离子标准系列工作溶液:精确量取一定量的锌离子标准储备液,用硝酸溶液稀释配制锌离子系列工作液,浓度为 0.50ug/mL、0.75ug/mL、1.00ug/mL、1.

25ug/mL、 1.50ug/mL 的标准工作溶液。

分析步骤

试样的处理

警示:消解中使用到浓硝酸,整个消解过程要在通风橱中进行。

牙膏试样:称取试样 1g(精确到 0.0001g),在通风橱内加入 5mL 硝酸,加盖,于沸水浴消解 20min,经常摇动(当牙膏中同时含有氧化锌和二氧化硅时,需加入 1.0g 氟化钠一起消解),最后开盖加热至棕黄色蒸汽挥发完全。冷却至室温,将溶液转移至 100mL 容量瓶中,容器至少用 25mL 水分 5 次洗涤,合并洗液,用水定容到刻度,摇匀。取摇匀后溶液于 6000r/min 离心 15min。移取 2.00mL 上清液至 100mL 容量瓶中,用 5%硝酸溶液定容到刻度并摇匀备用。

注 1:样品消解也可采用经过同等效果验证的条件。

注 2:加入氟化钠的操作过程需要使用塑料器皿。

漱口水试样:称取试样 1g(精确到 0.0001g),在通风橱内加入 5mL 硝酸,加盖,于沸水浴消解 20min。冷却至室温,将溶液转移至 100mL 容量瓶中,容器至少用 25mL 水分 5 次洗涤,合并洗液,用水定容到刻度,摇匀。移取 2.00mL 至 100mL 容量瓶中,用 5%硝酸溶液定容到刻度并摇匀备用。空白实验除不加试样外,均按上述步骤进行。

仪器条件

按照仪器说明书将仪器工作条件调整到最佳状态,仪器操作的参考条件见表 1。

表 1

仪器的参考工作条件

参 数		设定值
检测波长/ nm		213.9
狭缝宽度/ nm		1.0
燃气/(L/min)	乙炔	2.00
助燃气/(L/min)	空气	13.5
延迟时间/ s		7
检测时间/ s		5
灯电流/ mA		5.0
扣背景		开

标准曲线的绘制

待仪器稳定后,参照附录 A 的仪器工作条件,按浓度由低至高依次测定标准系列工作溶液,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线,线性相关系数应不小于 0.99。

试样的测定

在相同条件下测定空白溶液和试样溶液,记录吸光度,根据标准曲线查得试样溶液中锌元素的浓度。如果试样溶液中锌元素的浓度超出标准曲线的线性范围,则根据样品含量适当调整试样消解液的稀释倍数,确保试样溶液中锌元素的浓度在标准曲线范围水平后再测定。如果调整稀释倍数后,浓度仍无法落在标曲范围内,可适当将标曲起点下降,起点浓度不低于定量限。

结果计算

试样中酸可溶性锌元素的含量按照式计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times d}{m \times 10^6} \times 100\%$$

式中:X——试样中酸可溶性锌的含量,单位为质量百分数(%);

c——试样溶液中锌元素的浓度,单位为微克每毫升(ug/mL);

c₀。——空白溶液中锌元素的浓度,单位为微克每毫升(ug/mL);

v——试样消解液的定容体积,单位为毫升(mL);

d——试样消解液的稀释倍数;

m——试样的质量,单位为克(g)。

仪器参数

AA-1800C 六灯座单火焰原子吸收光谱仪

产品简介

AA-1800 型原子吸收光谱仪是由行业的专家和国内知名高校联手研发完成,拥有几十年光谱仪器的研发和应用经验。该产品包括火焰及氢化物发生系统,可配置多种附件,灵活的配置方案可满足不同层次客户的需求。全自动多功能

AA-1800 型原子吸收光谱仪可进行复杂的样品分析,多种分析方法可自动切换,做到无人全自动分析。

AA-1800 型原子吸收光谱仪广泛应用于科研、质检、疾控、环保、冶金、农林、化工等行业,创新的软、硬件设计确保样品分析的准确性、安全性、易用性,仪器维护简单便捷。

主要特点

高精度全自动化光学系统

色散率为 1800 条/毫米刻线大面积光栅,新型自准直单色器,所有镜片均是石英镀膜,宽广的检测范围和光学稳定性确保了分析的精度。全自动 6 灯座配置 6 个独立灯电源,可分别预热;

高分子雾化室

高分子材料抗腐蚀雾化室，耐酸碱，包括氢氟酸，无论是有机或是无机溶液都能得到较好的灵敏度和稳定性；

钛燃烧器

钛燃烧器，可选配 50mm 和 100mm 燃烧器，空冷预混合型，耐腐蚀，耐高盐，大幅度提高火焰的效率和火焰分析的准确度；

全自动化分析

能自动完成安全点火，熄灭和切换，结构可靠，故障率低，从而确保火焰法的灵敏度和重现性。

光源系统六灯位自动转换，可直接使用高性能空心阴极灯，提高火焰分析的灵敏度，自动调节供电参数和光束位置，全自动波长扫描和寻找波峰；

高技术指标

AA-1800 型原子吸收光谱仪元素测试灵敏度达到行业先进水平，灵敏度 $\leq 0.015 \mu\text{g/mL}/1\%$ ；基线漂移小于 $0.003\text{Abs}/30\text{m}$ ，稳定性优于 $0.005\text{Abs}/4\text{h}$ ；

背景校正系统

采用氘空心阴极灯和自吸收扣背景进行背景校正，消除低含量测定时分子吸收的干扰，减少了氘灯的发射噪声，延长了使用寿命，具有较好的稳定性。氘灯背景信号为 1A 时，扣除背景能力 > 50 倍；

智能化分析

智能性非常强，人性化设计，自动设置调节火焰高度，自动点火，水平位置自动优化，系统自动设置气体流量。如遇停电、误操作、乙炔泄漏等，系统会自动启动安全保护功能；

软件功能

强大的功能

高智能软件，功能强大，友好的中文操作界面。全自动仪器及附加控制，可自动优化，自动稀释；鼠标操作，自动设定菜单数据和校正方法；

测量数据可以实现动态显示。标准曲线可以实现自动拟和；

样品测量准确：采用向导的方式对样品进行设置，方便快捷；

灵敏度校正功能：使测量的结果更为准确；

数据共享

方便快捷的数据共享

关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。