

中華民國國家標準

CNS

## 化粧品中汞試驗法

總號 10762

類號 S2114

## Methods of Hygienic Test for Cosmetics-Mercury

1. 適用範圍：本標準規定化粧品中汞之試驗方法。
2. 以碘化亞銅定性：
  - 2.1 迅捷法：適用於未經以煤焦色素着色之檢體中無機汞鹽之檢驗，如其呈色較難辨別時，應以第 2.2 節或 3.2 節複核之。
    - 2.1.1 試藥：
      - 2.1.1.1 碘化亞銅粉末試藥：取硫酸銅 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 3.1 g 溶於 30% 硫酸 15ml 中，作為溶液 A；另取碘化鉀 (KI) 2 g 及亞硫酸鈉 ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 1.2 g 溶於水 10ml 中，作為溶液 B，將溶液 B 徐徐加入溶液 A 中，濾取所生之沉澱，用水清洗並於常溫乾燥，即得。
      - 2.1.1.2 5% 硝酸：取特級試藥硝酸 (比重 1.42, 含量 70%) 52.5 ml, 加水使成 1,000ml, 即得。
    - 2.1.2 定性：取檢體約 20mg, 置點色板 (Spot plate) 上，加 5% 硝酸 1~2 滴，用玻璃棒充分混合後，加微量之碘化亞銅粉末試藥，如有汞化合物存在，即呈紅色。
  - 2.2 複核法：
    - 2.2.1 試藥：
      - 2.2.1.1 碘化鉀·亞硫酸鈉溶液：取碘化鉀 5 g 及亞硫酸鈉 ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 20 g 溶於水使成 100 ml, 即得。
      - 2.2.1.2 硫酸銅溶液：取硫酸銅 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 5 g 溶於 1N 鹽酸使成 100 ml, 即得。
    - 2.2.2 檢液之調製：取檢體約 5 g, 精確稱定，置分解瓶瓶中，加水 10 ml 及硝酸 20 ml, 混勻，稍予放置後，徐徐加入硫酸 20 ml。接裝迴流冷卻器，小心加熱至不再發生  $\text{NO}_2$  為止，如分解液未能呈淡黃色而澄明，冷後再加硝酸 5 ml, 再度加熱。必要時可每次添加硝酸 5 ml 反復加熱，直至分解液呈淡黃色而澄明，不再發生  $\text{NO}_2$  為止。冷後加水 50 ml, 10% 尿素溶液 10 ml, 煮沸 10 分鐘。  
冷後加高錳酸鉀 1 g, 一面不時予以搖混，放置 10 分鐘，如紫紅色消失，再加高錳酸鉀 1 g, 充分搖混。反復此項操作至有紫紅色殘留為止。繼之，煮沸 20 分鐘。若此時紫紅色消失，冷後再加高錳酸鉀 1 g, 再加熱 20 分鐘，此際紫紅色如再消失，將添加高錳酸鉀及加熱之操作再重複 2 次。冷後，小心滴加 20% 鹽酸脛胺溶液，至溶液恰呈無色澄明為止。  
冷後，將裝置之內部及磨砂接合部份以稀硫酸 (1→100) 20 ml 沖洗，洗液併入分解液，滴加 20% 氫氧化鈉溶液或 2N 硫酸，利用 pH 計，調節其 pH 至 7.0，然後加稀硫酸 (1→2) 12 ml 及適量之水使成 200 ml, 作為檢液。
    - 2.2.3 定性：取碘化鉀·亞硫酸鈉 1 滴，置點色板 (Spot plate) 或濾紙上，加硫酸銅溶液 1 滴，再加檢液 1 滴時，如有汞化合物存在，視其含量多寡即呈現橙色至紅色。
3. 以二苯硫卡脞 (Dithizone; Diphenylthiocarbazone) 定性：
  - 3.1 迅捷法：適用於未着色或有色之檢體中無機汞鹽之檢驗，如其呈色較難辨別時，應以第 2.2 或 3.2 節法複核之。
    - 3.1.1 試藥：
      - 3.1.1.1 二苯硫卡脞·氯仿儲備溶液：將純二苯硫卡脞溶於氯仿，調配成 100mg/ℓ 之溶液，貯褐色瓶中，置於冷暗處保存之。
      - 3.1.1.2 二苯硫卡脞·氯仿溶液：臨用時取二苯硫卡脞·氯仿儲備溶液以氯仿稀釋 20 倍，使成含二苯硫卡脞 5 mg/ℓ 之溶液，即得。
      - 3.1.1.3 5% 硝酸：與第 2.1.1.2 節相同。
    - 3.1.2 定性：取檢體約 20mg, 置分液漏斗中，加 5% 硝酸 5 ml 及乙醚 (或氯仿) 5 ml, 充分搖混後，分取酸液，過濾 (此時酸液如呈色，加活性炭 1 g 混搖混後過濾)，濾液加二苯硫卡脞·氯仿溶液 1 ml, 激烈搖混後，如有汞化合物存在，二苯硫卡脞層呈橙~褐色。  
如檢體為白色，可取檢體約 20 mg, 置白色之點色板上，加 5% 硝酸 1~2 滴，加二苯硫卡脞·氯仿溶液 2~3 滴，用玻璃棒充分混合後，如有汞化合物存在，即呈橙~褐色。

(共 6 頁)

公布日期  
73 年 1 月 14 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期  
年 月 日

印行日期 94 年 10 月

本標準非經本局同意不得翻印

冊 4 (210×297)

## 3.2 複核法：

## 3.2.1 試藥：

3.2.1.1 二苯硫卡脞·氯仿儲備溶液：與 3.1.1.1 項同。

3.2.1.2 二苯硫卡脞·氯仿溶液：與 3.1.1.2 項同。

3.2.2 檢液之調製：與 2.2.2 項同。

3.2.3 定性：取檢液 10 ml 置玻塞試管中，加二苯硫卡脞·氯仿溶液 1 ml，加塞激烈搖混後，如有汞化合物存在，二苯硫卡脞層即呈現橙色、橙褐色或褐色。如呈橙色，可一面搖混，一面滴加二苯硫卡脞·氯仿溶液至二苯硫卡脞層未帶綠色為止，至所耗二苯硫卡脞溶液之量可大致獲知汞之含量。二苯硫卡脞·氯仿溶液 (5 mg/ℓ) 1 ml 約相當於 2 μgHg<sup>2+</sup>。

4. 以二苯卡脞定性——迅捷法：本迅捷法適用於未着色或有色之檢體中無機汞鹽之檢驗，如其呈色較難辨別時，應以 2.2 或 3.2 節法複核之。

4.1 試藥：二苯卡脞試液：取二苯卡脞 (Diphenyl carbazone) (特級試藥) 0.1 g 溶於乙醇使成 100 ml，即得。

4.2 定性：取檢體約 20 mg，置白色之點色板上，加二苯卡脞試液 1~2 滴，用玻棒充分混合後，如有汞化合物存在，即呈現紫色。

## 5. 以二苯硫卡脞定量：

## 5.1 試藥：

5.1.1 水：用通過離子交換樹脂柱所得之純水。

5.1.2 硫酸 (1:1)：硝酸加同容量之硫酸混勻。

5.1.3 氯仿：用經依法精製而新蒸餾之氯仿。

取氯仿，加約其容量 5% 量之硫酸，搖混後棄去硫酸，反復此項操作至硫酸層不再呈色為止。繼以約其容量 20% 量之 10% 氫氧化鈉溶液清洗 2 次，再用水清洗後，加少量之氧化鈣，蒸餾之。餾液加約其容量 20% 量之 0.5% 鹽酸羥胺 (Hydroxylamine hydrochloride) 溶液搖混後，分取氯仿層，用濾紙過濾，濾液加其容量 1% 量之精製乙醇，貯褐色瓶中，置冷暗處保存之。

5.1.4 二苯硫卡脞·氯仿溶液：將純二苯硫卡脞溶於氯仿，調配成 100 mg/ℓ 之溶液，貯褐色瓶中，置冷暗處保存之。臨用時以氯仿稀釋之。用於 Hg<sup>2+</sup> 0~10 μg 定量時，稀釋為二苯硫卡脞 5~6 mg/ℓ 之溶液。

5.1.5 汞標準溶液：精確稱取氯化汞 (HgCl<sub>2</sub>) (特級試藥) 676.7 mg，加水 100~200 ml 及鹽酸 5 ml 使溶後，加水使成 500 ml。臨用時以水稀釋 500 倍，即得。

汞標準溶液 1 ml = 2 μg Hg<sup>2+</sup>

5.1.6 硫代硫酸鈉 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 溶液 (1.5 W/V%)：臨用時調配之。

5.1.7 次氯酸鈉 (NaClO) 溶液：含有效率 5%。

5.1.8 其他試藥：均用特級試藥。

5.2 檢液之調製：與 2.2.2 項相同。

5.3 定量：精確量取檢液 50 ml，置 500 ml 之分液漏斗中，加二苯硫卡脞·氯仿溶液 (5~6 mg/ℓ) 10 ml，充分搖混 1 分鐘，分取氯仿層，置入預先加入 0.1N 鹽酸 50 ml 及 20% 鹽酸羥胺溶液 5 ml 之另一 100 ml 分液漏斗中。第 1 分液漏斗中再每次加二苯硫卡脞·氯仿溶液 5 ml，抽取 2 次，分取其氯仿層加入第 2 分液漏斗中。第 2 分液漏斗經充分搖混 1 分鐘後，分取其氯仿層，置入預先加入 0.1N 鹽酸 50 ml 之第 3 (100 ml) 分液漏斗中，第 2 分液漏斗中之溶液用氯仿 1~2 ml 清洗，洗液併入第 3 分液漏斗中。第 3 分液漏斗中加硫代硫酸鈉溶液 2 ml，充分搖混 1 分鐘後，小心分去氯仿層，水層再以氯仿 1~2 ml 清洗小心分液，棄去氯仿層。

水層加次氯酸鈉溶液 3 ml，充分搖混 1 分鐘，再加 20% 鹽酸羥胺溶液 5 ml 時，應自分液漏斗之上口小心沖洗口部而後流下，充分搖混 1 分鐘，分液漏斗內部所殘留之氯仿以二聯球送風除去之。再加 30% 醋酸 3 ml 及氯仿 2~3 ml，充分搖混 1 分鐘，小心分去氯仿層。水層加二苯硫卡脞·氯仿溶液 (5~6 mg/ℓ) 10.0 ml，充分搖混 1 分鐘。\* 然後用小濾紙片將分液漏斗活栓及下管內部之水分吸乾，並以小塊脫脂棉插入下管內後，分取二苯硫卡脞抽出液，置光徑 10 mm 之貯液管中，用適當之分光光度計，以氯仿為對照液，於波長 490 nm 處測定其吸光度。自另行繪製之標準曲線算出汞之量。另作空白試驗，補正之。如汞之量在 10 μg 以上，則應減少檢液之量或自第 3 分液漏斗量取適當量之水溶液，以使汞之量進入標準曲線之範圍內，予以比色。

標準曲線之製作：取 100 ml 之分液漏斗 6 個，各量入 0.1N 鹽酸 50 ml，20% 鹽酸羥胺溶液 5 ml 及 30% 醋酸 3 ml，分別加入汞標準溶液 0, 1, 2, 3, 4 及 5 ml，各加氯仿 2~3 ml，充分搖混 1 分鐘，小心分液，儘可能將氯仿層完全除去。水層加二苯硫卡脞·氯仿溶液 (5~6 mg/ℓ) 10 ml，充分搖混抽出 1 分鐘，以下與檢液同樣操作 (自 \* 記號起) 分別測定其吸光度，繪製為標準曲線。