

ICP-AES 法测定化妆品中的二氧化钛

ICP-029

摘要：参考 SNT 1478-2004《化妆品中二氧化钛含量的检测方法 ICP-AES》标准，采用 (H₂SO₄+HNO₃+HF) 消解化妆品样品后，使用 ICPE-9000 电感耦合等离子发射光谱仪简便快速的测定了化妆品中的二氧化钛。实验结果表明，该方法快速、准确，RSD 在 0.21 ~ 0.35% 之间，回收率为 98.6%，可以满足化妆品中的 Ti 元素的分析要求。

关键词：ICP-AES 化妆品 二氧化钛

化妆品中金属元素的分析测定已有较多报道，主要是测定化妆品中的有毒微量化学物质如铅、砷、汞、镉等，采用的方法主要有火焰原子吸收分光光度法，石墨炉原子吸收法，双硫脲萃取分光光度法，微波消解 ICP-AES 法等，对化妆品中的一些主要以氧化物形式存在的金属元素如钛的测定报道不多，钛的氧化物是一些化妆品中的必不可少的组成部分，纳米二氧化钛对 UVA 和 UVB 都有很好的屏蔽作用。因此，准确分析化妆品中的钛含

量是控制化妆品质量的重要环节。化妆品中含有大量的有机组分，如果消解不完全会影响化妆品中钛和锌的测定，目前对化妆品这类含有大量有机物的样品常用的溶解本方法参考 SNT 1478-2004《化妆品中二氧化钛含量的检测方法 ICP-AES》标准，采用 (H₂SO₄+HNO₃+HF) 消解化妆品样品后，使用 ICPE-9000 简便快速测定了化妆品中的二氧化钛。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

精确称量 0.1 g 化妆品样品于微波消解罐中，加入 5 mL 硝酸、4 mL 氢氟酸和 4 mL 硫酸，设置升温程序进行消解，消解完成后，冷却至室温，转移至 100 mL 容量瓶中。然后取 10 mL 样品溶液稀释至 100 mL 容量瓶中，加入 4% 硼酸后，定容至刻度，待测。

1.4 仪器参数和分析线的选择

配制 Ti 元素标准溶液，如表 2。

表 2 Ti 元素标准曲线

标准曲线	Blank	STD1	STD2	STD3	STD4
Ti (mg/L)	0	1	3	5	20
H ₂ SO ₄ (mol/L)	0.072	0.072	0.072	0.072	0.072
HF (mol/L)	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092
HNO ₃ (mol/L)	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07
H ₃ BO ₃ (wt-%)	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8

结果与讨论

2.1 标准曲线

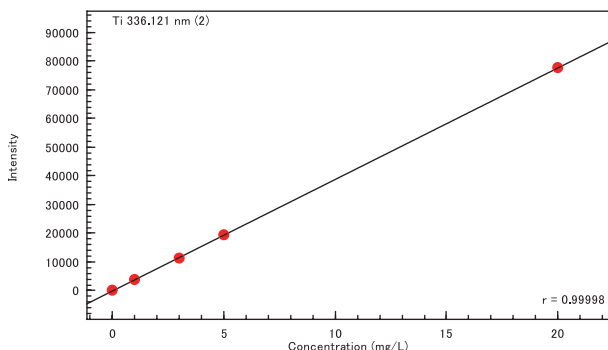


图 1 钛的标准曲线

2.2 方法的检出限

将样品空白进行检测，重复 10 次，计算其标准偏差 (SD)，并根据 $MDL=3 \times SD$ 的公式得到表 3 中的相关元素检出限，其结果见表 3。

表 3 各元素检出限

元素名称	Ti
检出限 (mg/L)	0.001

2.3 测定结果及回收率

以同样前处理方法对样品 Cosmetic 2# 进行加标回收率实验，回收率数据如下表 4 所示：

表 4 化妆品样品回收率分析结果

样品名称	添加前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
Cosmetic 2#	1.352	1	2.338	98.6

按实验方法对同一个化妆品样品平行分析 3 次 (分别命名为 Cosmetic 1#、Cosmetic 2# 和 Cosmetic 3#)，分析结果见表 5，结果按公式 (1) 计算：

$$X = \frac{1.6683C \cdot V}{1.000m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

公式中：

X- 化妆品中二氧化钛含量，%

C- 从标准曲线上查得样品中钛浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V- 试样溶液定容体积，单位为升 (L)；

m- 称取样品的质量数，单位为克 (g)；

1.6683 为钛转化为二氧化钛系数。

结论

参考 SNT 1478-2004 《化妆品中二氧化钛含量的检测方法 ICP-AES》标准，采用 (H₂SO₄+HNO₃+HF) 消解化妆品样品后，使用 ICPE-9000 电感耦合等离子发射光谱仪测定了化妆品中的二氧化钛。实验结果表明，该方法快速、准确，可以满足化妆品中的 Ti 元素的分析要求。